



UNIVERSIDAD DE CARABOBO
FACULTAD DE CIENCIAS Y TECNOLOGIA
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
LICENCIATURA QUÍMICA
INFORME DE PASANTÍAS



**DETERMINACIÓN DEL MÉTODO ÓPTIMO PARA LA MEDICIÓN
DEL CONTENIDO DE CERAS DEL ACEITE DE GIRASOL
BLANQUEADO Y DESENCERADO**

Supervisor:

ING. Mustafa, Nayi

Bachiller:

Barreto F. Georgina K.

Tutor Empresarial:

ING. Benitez, Ymmer

Tutor académico:

DOC. Armado, Arnaldo

BARBULA, MARZO 2012

INDICE GENERAL

| | |
|---|----|
| INTRODUCCIÓN..... | 4 |
| DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA EMPRESA: CARGILL DE VENEZUELA S.R.L..... | 5 |
| I.1 Nombre y ubicación..... | 5 |
| I.2 Política de calidad alimentaria..... | 5 |
| I.3 Política de seguridad alimentaria..... | 5 |
| I.4 Misión..... | 6 |
| I.5 Visión..... | 6 |
| I.6 Enfoque..... | 6 |
| I.7 Objetivo..... | 6 |
| I.8 Valores..... | 6 |
| I.9 Actividades a las que se dedica Cargill de Venezuela Planta Valencia..... | 7 |
| I.10 Reseña Histórica..... | 9 |
| I.11 Cargill en Venezuela..... | 11 |
| CAPITULO II..... | 14 |
| MARCO TEORICO..... | 14 |
| II.1 Oleaginosas..... | 14 |
| II.2 Morfología de una semilla oleaginosa..... | 14 |
| II.3 Aceite Crudo..... | 15 |
| II. 4 Aceites y Grasas..... | 15 |
| II.5 Tipos de aceites vegetales comestibles..... | 15 |
| ✓ Aceite De Canola..... | 15 |
| ✓ Aceite De Girasol..... | 16 |
| ✓ Aceite De Palma..... | 17 |
| ✓ Aceite De Soya..... | 18 |
| II.6 Ácidos Grasos..... | 18 |
| II.7 Lípidos..... | 20 |
| II.8 Ceras..... | 21 |
| II.9 Obtención de aceite a partir de semillas de oleaginosas..... | 22 |

| | |
|---|----|
| II. 8 Refinación de aceites y grasas..... | 23 |
| II.9 Gravimetría | 31 |
| II.10 Turbidimetría | 32 |
| CAPITULO III | 34 |
| Descripción de las actividades de las pasantías | 34 |
| III.1 Objetivos de las pasantías | 34 |
| III. 2 Actividades realizadas | 34 |
| III.3 Cronograma de actividades | 35 |
| III. 4 Técnicas instrumentales realizadas..... | 35 |
| III. 5 Resultados obtenidos | 39 |
| III. 6 Conclusión | 48 |
| III.7 Recomendaciones | 49 |
| III.8 Bibliografía | 49 |
| Anexos | 50 |

INTRODUCCIÓN

En la actualidad las sustancias que contienen grasas juegan un papel importante en el comercio mundial, puesto que este componente es uno de los constituyentes esenciales en la dieta del hombre y de los animales. Las grasas y aceites son compuestos de origen animal y vegetal que constan principalmente de ésteres del propanotriol, glicerol o glicerina y ácidos grasos. Hoy en día, pueden ser conseguidos en un sin fin de productos en la industria alimenticia, pero se destacan en los productos de la cocina, debido que la mayoría de los platos que son consumidos diariamente requieren de su uso.

La empresa **Cargill de Venezuela S.R.L Planta Valencia División aceites**, fue fundada en 1993, se dedica a la refinación de aceites crudos a partir de diversas materias primas (soya, canola, maíz, girasol, entre otros). Esta planta se encarga de la transformación de aceite crudo en un producto apto para el consumo humano, a través de una serie de procesos, los cuales implican la eliminación de componentes indeseables, para garantizar un producto inocuo y con la calidad requerida por los clientes.

El tipo de refinación a la que son sometidos los aceites crudos corresponde a una refinación química, en la cual se deben controlar ciertos parámetros y condiciones ya que se producen pérdidas considerables durante las diversas etapas de procesamiento.

En base a lo antes mencionado se hace necesario llevar un control diario de las condiciones de refinación de aceites, con el fin de cuantificar la pérdida del producto de interés. Cabe destacar que las pasantías se cumplieron en el Departamento de Procesos en el cual se pudieron poner en práctica conocimientos teóricos-prácticos adquiridos a lo largo de la carrera y formación universitaria; las actividades diarias de las pasantías se realizaron con la finalidad de llevar un control en el proceso de refinación de crudos para minimizar la merma durante la obtención de aceites vegetales comestibles.

CAPITULO I

DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA EMPRESA: CARGILL DE VENEZUELA S.R.L

I.1 Nombre y ubicación

Es una empresa trasnacional llamada Cargill de Venezuela S.R.L, planta Valencia. Se encuentra ubicada en Valencia, Edo Carabobo, Carretera Nacional Vía Los Guayos, Av. 67, Zona Industrial Norte, antigua Productora de Grasas C.A., en la Republica Bolivariana de Venezuela.

I.2 Política de calidad alimentaria

Desarrollar, producir y comercializar bienes y servicios que provean oportunidades para la nutrición y desarrollo de la población, que satisfagan los requisitos a nuestros clientes, creando valor diferenciado a través del mejoramiento continuo de sus procesos y su capital humano caracterizado por ser personas excelentes y comprometidas a ofrecer las mejores ideas a nuestros clientes, fundamentado en los pilares: enfoque al cliente, innovación y alto nivel de desempeño, garantizando el crecimiento de la organización.

I.3 Política de seguridad alimentaria

Cargill se compromete en proveer alimentos y servicios seguros tanto para personas como animales, desarrollaremos productos y usaremos proveedores, cadenas de suministros, transportes, espacios de almacenamiento, producción, fabricación y sistemas de distribución, que garanticen la inocuidad de nuestros productos así como el cumplimiento de los temas regulatorios relacionados. Toda unidad de negocios, función y trabajador de Cargill, tiene la responsabilidad de asegurar la producción de productos inocuos, que cumplan con las leyes aplicables y requerimientos del departamento Corporativo de Seguridad Alimentaria y Asuntos Regulatorios.

La gerencia de Cargill proveerá los recursos y el apoyo necesarios para permitir a nuestros trabajadores el cumplimiento de estas responsabilidades

I.4 Misión

Crear valor diferenciado fundamentado en tres pilares: enfoque al cliente, innovación y alto nivel de desempeño.

I.5 Visión

Ser el líder mundial en el sector alimentario en promover oportunidad para la nutrición y el desarrollo de la población.

I.6 Enfoque

Ser dignos de confianza, creativos y emprendedores.

I.7 Objetivo

Compromiso del empleado, satisfacción al cliente, prosperidad de las comunidades y rentabilidad del crecimiento.

I.8 Valores

La cultura empresarial de Cargill parte de unas creencias que constituyen la base de las relaciones con los clientes, asociados, accionistas y comunidades donde opera.

- ✓ **Integridad:** Nuestra palabra es nuestra garantía.
- ✓ **Excelencia:** Hacer de Cargill la mejor compañía en todo lo que haga.
- ✓ **Crecimiento:** Crear oportunidades para los individuos y nuestros negocios.

- ✓ **Trabajo en equipo:** Sumar los conocimientos y habilidades de los empleados a través de la comunicación efectiva para crear éxito compartido.
- ✓ **Visión de futuro:** Tener la paciencia y la visión que nos permitan construir negocios duraderos.
- ✓ **Deseos de competir:** Buscar ganar con reglas de juego claras, con ética y transparencia.

I.9 Actividades a las que se dedica Cargill de Venezuela Planta Valencia

La planta de refinación de aceites de valencia es la más grande y moderna de la región, con sofisticados sistemas de control de producción, en conjunto con la planta Turmero permiten a partir de materias primas especialmente seleccionadas, elaborar aceites y mantecas de diversas composición y destinada a múltiples usos. Así mismo Cargill es proveedor de cadena de comidas rápidas, restaurantes, fabricantes de mayonesa, margarinas y envasadores de pescado.



Figura 1. Cargill Planta Valencia

Entre los productos que elabora la empresa Cargill de Venezuela Planta Valencia División-Aceites se encuentran los siguientes:

✓ **Aceites:** A partir de materias primas especialmente seleccionadas, se elaboran aceites vegetal, de maíz, girasol, soya, canola o mezclas de los anteriores con la calidad máxima, en la planta de refinación de aceites ubicada en Valencia, Edo. Carabobo, se comercializan las siguientes marcas: Vatel, Deleite, Branca y El Rey los cuales gozan de la preferencia de las amas de casa venezolanas quienes encuentran en las mismas los atributos de seguridad alimentaria y rendimiento propio de los productos elaborados por Cargill.

✓ **Mantecas:** Las mantecas se comercializan bajo la marca de Tresco y se referencian por su punto de fusión.

✓ **Manteca Líquida:** Es una manteca con propiedad de fluidez, obtenida de la hidrogenación parcial de aceites vegetales. Producto grado alimenticio con aditivos tales como antioxidante y antiespumante. De gran estabilidad al enranciamiento. Se emplea en la industria de comida rápida, papas, snacks, entre otros. Despacho envaso y a granel.

✓ **Manteca Tresco 37:** Grasa semi-sólida, composición 100% aceites vegetales hidrogenados. El producto empacado es cristalizado, a granel no requiere cristalización. Utilizado en elaboración de helados y base para rellenos en chocolatería. Se despacha a granel en cisternas de acero inoxidable y cajas de 15 Kg.

✓ **Manteca Tresco 38:** Grasa sólida, obtenida de la hidrogenación parcial del aceite de palma. Composición: 100% Palma Hidrogenada. Recomendado para la elaboración de galletas, ponqués, elaboración de cubitos y bases de sopas. Se despacha en cajas de 15 Kg.

✓ **Manteca Tresco 40 S:** Grasa grado alimenticio, obtenida de la hidrogenación parcial del aceite de soya. Composición 100% aceites hidrogenados de soya. Recomendado para la fabricación de caramelos, frituras de pollo, fritura de papas rayadas y donas. Se despacha en cajas.

✓ **Manteca Tresco 40 E:** Grasa plástica, obtenida por hidrogenación parcial de los aceites de palma y soya. Producto grado alimenticio, usa emulsificante. Recomendado su uso para elaborar panes, tortas, galletas, repostería, cremas de relleno, chocolates.

✓ **Manteca Tresco 42 P:** Grasa plástica, obtenida por hidrogenación parcial de los aceites de palma y soya. Producto grado alimenticio. Recomendado para reposterías y fábricas de chocolates.

✓ **Manteca Tresco 48:** Grasa sólida, obtenida de la hidrogenación del aceite de palma. Composición: 100% Palma Hidrogenada. Elaboración de cubitos, bases de sopas, formulación de chocolates y lluvia de colores.



Cuadro 1. Productos que elabora la empresa Cargill de Venezuela Planta Valencia División-Aceites.

I.10 Reseña Histórica

La historia de Cargill se remonta a mas de 131 años cuando comenzó sus operaciones en la región agrícola de Connover, Iowa, como una comercializadora

de cereales, específicamente trigos, los cuales eran apetecidos por los pobladores de las zonas industriales de la costa este de New York y Pensilvania.

Con el nacimiento del comercio internacional de cereales, Cargill se establece en los años 20 en Italia, Holanda e Inglaterra como comercializadora de cereales. Después de la segunda guerra mundial comienza sus actividades de adquisición y construcción de plantas para fabricar alimentos concentrados y estación de aceites.

En esta misma época empieza a establecerse en Argentina y Brasil, países productores de granos y oleaginosas. Posteriormente amplía sus negocios en la producción de almidón, molienda de trigo, producción y procesamiento de pollos, pavos, cerdos y ganado vacuno.

En 1945 la compañía de Cargill se consolida como una empresa seria de alimentación y es para ese momento en la que adquirió Nutrena Mills, para ese mismo año fue una de las compañías de alimentos más progresistas ya que había estado en el negocio desde 1920 y, en ese momento, tenía la capacidad de producir un total de 23.000 toneladas de alimentación por mes en sus tres industrias.

En aquel entonces era común que los sacos de alimento tuvieran una "impresión bonita" para venderse en el mercado, además el material en que eran elaboradas las bolsas podían ser utilizado para hacer manteles y ropa.

La empresa de alimentos Cargill ha aumentado considerablemente desde 1945, a través de adquisiciones e innovaciones que han ayudado a Cargill llegar a más clientes en todo el mundo. El foco de las adquisiciones de Cargill ha sido construir sus conocimientos y llegar por el acceso a experiencia, la gente dedicada con pasión por el negocio, son la clave para el crecimiento en la creatividad y el aprendizaje que hacen a una empresa un mejor lugar para hacer negocios y para trabajar.

En los años 80, Cargill extiende sus actividades a la producción de acero, procesamiento y comercialización de jugos, producción de mercadeo de fertilizantes.

Actualmente Cargill provee productos competitivos y de alta calidad produciendo materias primas, operando en molinería, realizando marketing, transporte, incorporándose al mercado financiero, creando y comercializando nuevos productos y servicios.

Cargill tiene presencia en más de 65 países, entre ellos: Alemania, Chile, Inglaterra, Argentina, Dinamarca, Japón, Bolivia, Estados Unidos, México, Brasil, España, Rusia, Canadá, Francia, Republica Dominicana, Colombia, Honduras y Venezuela.

I.11 Cargill en Venezuela

La empresa familiar Cargill Inc., fundada por William Cargill en 1865 inicia sus actividades en Venezuela en **1986**.

En el mes de Marzo del año de **1986** Cargill de Venezuela C.A. inicia operaciones en el país, a través de una asociación con Mimesa C.A. para formar Agroindustrial Mimesa situada en la ciudad de Maracaibo, Estado Zulia. Dedicándose a la fabricación de harinas y a la elaboración de pastas alimenticias bajo las marcas Flor de Guayana y Mimesa, respectivamente.

En **1988** adquiere El Pastificio Universal ubicado en Puerto La Cruz, Edo. Anzoátegui.

Para el año de **1989** compra Pillsbury de Venezuela, empresa que contaba con un molino semolero, uno harinero y un pastificio en Catia La Mar, poseedora de las renombradas marcas de pasta, Milani y Suprema, además de la línea de harinas de panificación Rey del Norte.

En **1990**, negocia la totalidad de las acciones de Agroindustrial Mimesa, consolidándola junto con Pillsbury de Venezuela. En Diciembre de ese mismo año, como parte de un plan de expansión ininterrumpido Cargill de Venezuela incursiona en el mercado de aceites refinados con la adquisición de una planta de refinación en Turmero, Estado Aragua.

En **1991**, establece las oficinas corporativas en Caracas.

Al expandirse hacia nuevos mercados Cargill incursiona en el negocio de arroz en el año de **1992** y adquiere la finca Puente Leña en Píritu, Estado Portuguesa.

En **1993**, compra las plantas aceiteras de Mavesa, ubicadas en Valencia y Puerto Cabello, Edo. Carabobo, así como las reconocidas marcas Vatel, Branca, Los Tres Cochinitos y Tresco.

Para el año de **1994**, incrementa las actividades en el negocio de arroz al comprar la planta productora de arroz Santa Ana, localizada en San Carlos, Estado Cojedes.

En **1995**, se asocia con Pequiven para la construcción de la salina por evaporación solar más moderna del mundo, ubicada en Los Olivitos, Estado Zulia.

En **1997**, inicia sus actividades en el negocio de alimentos para mascotas, producidas en la planta de Barquisimeto, Estado Lara.

En el año de **1998**, instala la primera planta de arroz precocido "Parboiled" en Venezuela.

Para el año de **1999**, adquiere Gramoven y consolida su posición de liderazgo en el mercado, transformándose en el principal proveedor de insumos elaborados para la industria de alimentos de Venezuela y de productos de marca para el mercado de consumo masivo.

En el **2001**, con la adquisición de Agribands International, se unen esfuerzos con Cargill Animal Nutrición lo que consolida a la Compañía en el Mercado como proveedor de Alimentos para mascotas.

Actualmente Cargill opera en el país con 13 plantas industriales y 11 centros de distribución, ubicados en las zonas de mayor actividad económica. Cargill cada día afianza su compromiso con el país, a través de inversiones que implican un crecimiento económico.

Su organización de distribución y ventas, una de las más importantes del país, le permite acceder en forma directa a más de 5000 clientes y a muchos más en forma indirecta. Así mismo, generan más de 200 puestos de trabajo directos y alrededor de 30000 indirectos que contribuyen en forma positiva al crecimiento del sector laboral y al desarrollo profesional de sus empleados capacitándolos en sus áreas de especialización, para poder enfrentar los desafíos de mercados cada vez más competitivos.

La fundación de Cargill contribuye el bienestar de las comunidades donde actúa, contemplando proyectos para darle apoyo a la educación, la salud y la protección de niños y ancianos.

CAPITULO II

MARCO TEORICO

II.1 Oleaginosas

Las oleaginosas son vegetales de cuya semilla o fruto puede extraerse aceite, en algunos casos comestibles y en otros casos de uso industrial. Las oleaginosas más sembradas son la soya, la palma, el maní, el girasol, el maíz y el lino. Cada planta, a su vez, puede tener otros usos económicos, como el lino, del que pueden extraerse fibras textiles, harinas y semillas alimenticias, o el maíz, la soya y el maní, cuyos frutos o semillas también pueden ser comidos. Otras plantas oleaginosas son el cártamo, la colza (aceite de canola), el sésamo, la jojoba, el almendro, el arroz (aceite de salvado de arroz) y la uva. (1)

II.2 Morfología de una semilla oleaginosa

El ciclo vital de las plantas abarca en su fase de reproducción sexual la formación de estructuras que contiene un pequeño embrión. El embrión, envuelto en el tegumento derivado del óvulo, es la unidad de dispersión, conservación y reproducción de la especie; se denomina semilla. La morfología de las semillas puede variar dependiendo del tipo de planta, por tanto se muestra los elementos básicos de la estructura de una semilla oleaginosa:

- ✓ **Cáscara** (fibra alta concentración de lípido)
- ✓ **Semilla** alta concentración de lípido
- ✓ **Pared celular** (hemicelulosa y proteínas)
- ✓ **Germen:** se encuentra dentro de la célula, el aceite esta en las vacuolas y generalmente emulsionada con agua debido a que en el interior de la vacuola la membrana está constituido fundamentalmente por fosfolípidos y proteínas que le otorgan ciertas propiedades funcionales.

II.3 Aceite Crudo

Es el aceite que contiene gran cantidad de impurezas, tales como partículas en suspensión, agua, mucilagos coloides, y otros; debe ser refinado para eliminarlas y mejorar la calidad del mismo.

II. 4 Aceites y Grasas

Son sustancias de origen animal y vegetal que consisten primordialmente en mezclas de esteres del glicerol con ácidos grasos; son lípidos saponificables, solubles en solventes no polares (como hexano, éter, cloroformo) e insolubles en agua. La diferencia entre los términos está referida al estado físico que presentan a temperatura ambiente. Así los aceites son líquidos mientras que las grasas son solidas en iguales condiciones de temperatura ambiente (Graduño, 2006).

II.5 Tipos de aceites vegetales comestibles

Gracias a la gran diversidad de frutos y semillas oleaginosas que existen actualmente en el mercado, se tienen una amplia lista de aceites vegetales comestibles. Cargill de Venezuela S.R.L produce diferentes aceites de acuerdo a la materia prima utilizada, sin embargo el que posee mayor producción es el aceite de soya. Entre los aceites que son procesados en Planta Valencia destacan:

✓ Aceite De Canola

Este aceite proviene de las semillas obtenidas de variedades de nabo con bajo contenido de ácido erúxico (*Brassica napus*). Es obtenido por extracción mecánica y/o por solventes. Tiene bajo contenido de ácidos grasos saturados.



Figura 2. Aceite y semilla de Canola

Principales Aplicaciones Del Aceite De Canola

Condimento para ensaladas, para cocinar y freír, mayonesas, aderezos, margarinas y mantecas vegetales.

✓ Aceite De Girasol

Se obtiene por extracción mecánica y por solventes de la semilla de girasol (*Helianthus annuus*). El aceite crudo contiene un alto porcentaje de ceras que deben eliminarse del aceite en un proceso de desencerado.



Figura 3. Aceite y semilla de Girasol

Principales Aplicaciones Del Aceite De Girasol

Ideal como condimento para ensaladas y otros platillos, para cocinar y freír, mayonesas, bases para margarina, mantecas vegetales para diferentes usos en panadería y repostería.

✓ Aceite De Palma

Se obtiene por extracción mecánica del fruto de la palma (*Elaeis guineensis*) y se puede complementar con extracción por solventes. El aceite crudo presenta una coloración anaranjada rojiza por su alto contenido de carotenos. Generalmente se refina físicamente. En su composición de ácidos grasos predomina el ácido palmítico (40-48%).



Figura 4. Aceite y semilla de Palma

Principales Aplicaciones Del Aceite De Palma

Para mantecas vegetales, margarinas, pastelería, botanas, helados, mantequilla para crema de cacahuete, cacao y avellana, pastas, mezclas para sopa, panadería y repostería.

✓ **Aceite De Soya**

Es el aceite que se obtiene del fríjol de la soya (*Glycine max*) por extracción mecánica y por solventes. El aceite crudo contiene entre 2.5-3.0% de fosfolípidos que tienen que eliminarse del aceite por procesos de desgomado y refinación química. Es un aceite polinsaturado que contiene ácido linoléico (omega 6) y ácido linolénico (omega 3) El aceite crudo se refina, blanquea y desodoriza listo para embotellarse.



Figura 5. Aceite y semilla de soya

Principales Aplicaciones Del Aceite De Soya

Para frituras, comida rápida, condimento para ensaladas y otros platillos, ingrediente para cocinar, margarinas, mezcla de aceites, botanas, mezclas para panadería, coberturas, helados, frituras, cremas vegetales, productos para hornear, salsas, pastas, mayonesas.

II.6 Ácidos Grasos

Es una biomolécula orgánica de naturaleza lipídica formada por una larga cadena hidrocarbonada lineal, de número par de átomos de carbono, en cuyo extremo hay un grupo carboxilo ($-\text{COOH}$), el cual es el que le confiere su propiedad de ácido. Cada átomo de carbono se une al siguiente y al precedente

por medio de un enlace covalente sencillo o doble. Son compuestos muy insolubles en agua y ricos en energía metabólica. Los ácidos grasos son constituyentes de los triglicéridos y de lípidos complejos y pueden esterificar el colesterol. Se clasifican en dos grupos ácidos grasos saturados e insaturados. Entre el 90-95% de un aceite o grasa está constituido por triglicéridos, que a su vez contienen un 95% de ácidos grasos, estos representan la parte activa de los triacilgliceridos.

✓ **Ácidos Grasos Saturados**

Son aquellos donde dos átomos de carbono de su cadena se encuentran unidos mediante enlaces sencillos. Los ácidos grasos saturados suelen estar representados por "Cn 0", donde "n" representa el número de carbonos en la cadena y el cero (0) indica que no hay dobles enlaces.

✓ **Ácidos Grasos Insaturados**

Son aquellos que poseen dobles enlaces carbono-carbono. Se representan igual que los saturados pero "en vez de cero (0) lleva el número insaturaciones presentes en la cadena. Los dobles enlaces en la mayoría de los ácidos grasos insaturados presentan configuración "CIS" y algunos casos presentan configuración "TRANS", los "CIS" poseen menor punto de fusión que los "TRANS".

| Aceite o Grasa | Proporción Insat./Sat. | Saturada | | | | | Mono-insaturada | Poli-insaturada | |
|--------------------|------------------------|---------------------|---------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|--------------------|-------------------------------------|---|
| | | Ácido Cáprico C10:0 | Ácido Láurico C12:0 | Ácido Mirístico C14:0 | Ácido Palmítico C16:0 | Ácido Estéarico C18:0 | Ácido Oleico C18:1 | Ácido Linoleico (ω 6) C18:2 | Ácido Alfa-Linolénico (ω 3) C18:3 |
| Aceite de almendra | 9.7 | - | - | - | 7 | 2 | 69 | 17 | - |
| Aceite de canola | 15.7 | - | - | - | 4 | 2 | 62 | 22 | 10 |
| Aceite de coco | 0.1 | 6 | 47 | 18 | 9 | 3 | 6 | 2 | - |
| Aceite de maíz | 6.7 | - | - | - | 11 | 2 | 28 | 58 | 1 |
| Aceite de oliva | 4.6 | - | - | - | 13 | 3 | 71 | 10 | 1 |
| Aceite de palma | 1.0 | - | - | 1 | 45 | 4 | 40 | 10 | - |
| Oleína de palma | 1.3 | - | - | 1 | 37 | 4 | 46 | 11 | - |
| Aceite de cártamo* | 10.1 | - | - | - | 7 | 2 | 13 | 78 | - |
| Aceite de soya | 5.7 | - | - | - | 11 | 4 | 24 | 54 | 7 |
| Aceite de girasol* | 7.3 | - | - | - | 7 | 5 | 19 | 68 | 1 |

Cuadro 3. Perfiles de ácidos grasos y grasas de los aceites típico.

II.7 Lípidos

A diferencia de los carbohidratos, que se clasifican en función de los grupos funcionales que posean, los lípidos no pueden clasificarse de esta manera, ya que no poseen un grupo funcional característico. En este sentido, los lípidos son sustancias de origen biológico, solubles en disolventes orgánicos (cloroformo, benceno, entre otros), y muy poco o nada solubles en agua. Como consecuencia de ello, el término lípido abarca a un gran número de compuestos orgánicos con estructuras muy diversas; no obstante, poseen algo en común, la porción principal

de su estructura es de naturaleza hidrocarbonada y ésta es la razón de su escasa o nula solubilidad en agua. Los lípidos desempeñan diversas funciones biológicas de gran importancia, ya que:

- ✓ Constituyen las principales reservas energéticas de los seres vivos.
- ✓ Forman parte de las membranas celulares.
- ✓ Regulan la actividad de las células y los tejidos.

Así, las grasas, aceites, ciertas vitaminas y hormonas y la mayor parte de los componentes no proteicos de las membranas son lípidos. Una forma de clasificar los lípidos es la que se basa en su comportamiento frente a la reacción de hidrólisis en medio alcalino (saponificación). Los lípidos saponificables son los que se hidrolizan en medio alcalino produciendo ácidos grasos, que están presentes en su estructura; en este grupo se incluyen las ceras, los triacilglicéridos, los fosfoglicéridos y los esfingolípidos. Los lípidos no saponificables son los que no experimentan esta reacción (terpenos, esteroides y prostaglandinas, en este último grupo también estarían incluidos los ácidos grasos). (2)

II.8 Ceras

Las ceras son moléculas que se obtienen por esterificación de un ácido graso con un alcohol monovalente lineal de cadena larga. Son sustancias altamente insolubles en medios acuosos y a temperatura ambiente se presentan sólidas y duras. (2)

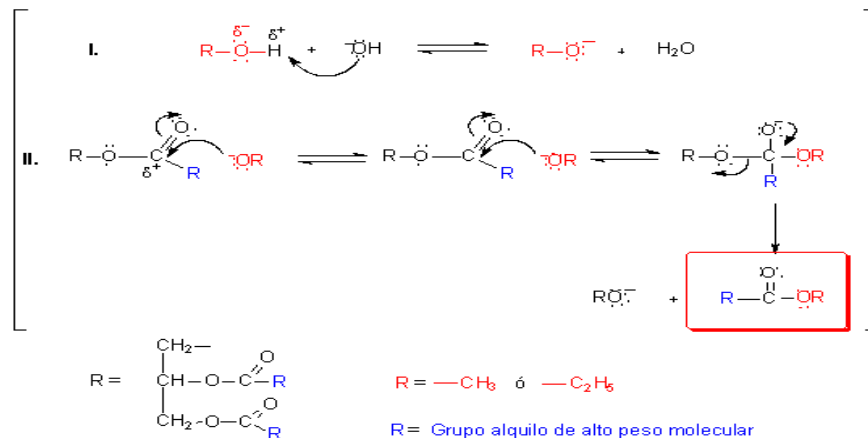


Figura 6. Reacción de esterificación de un ácido graso para obtener ceras.

En la figura 6, se puede observar en la reacción (I) al monoalcohol reaccionando con una base, para obtener una deshidrogenación del mismo, de manera que este pueda reaccionar con el grupo carboxilo del ácido graso y poder obtener una cera.

Las ceras son blandas y moldeables en caliente, pero duras en frío. En las plantas se encuentran en la superficie de los tallos y de las hojas protegiéndolas de la pérdida de humedad y de los ataques de los insectos. En los animales también actúan como cubiertas protectoras y se encuentran en la superficie de las plumas, del pelo y de la piel.

II.9 Obtención de aceite a partir de semillas de oleaginosas

El aceite vegetal se puede obtener mecánica o químicamente, y generalmente se usa alguna combinación de ambas técnicas.

En el método mecánico las semillas y frutos oleaginosos se someten a un proceso de prensado. Los residuos de este prensado se aprovechan como alimento para el ganado, por ser un producto muy rico en proteínas. Finalmente se somete al aceite extraído a otro proceso de refinamiento.

El método químico utiliza disolventes químicos que resulta más rápidos y baratos, además de dar mejor rendimiento. El solvente generalmente usado es el Hexano. Los aceites hidrogenados se forman a partir de aceite e hidrógeno. La combinación de ambos se realiza en caliente y a presiones elevadas, de modo que el aceite líquido se transforma en grasas o en una sustancia semisólida con la que se elaboran las margarinas. Estos aceites hidrogenados son perniciosos (nocivos) para la salud, ya que contribuyen al aumento de los niveles de colesterol en sangre, mucho más que las grasas vegetales o las animales; debido a su contenido en ácidos grasos *trans*. Por tal motivo, muchos nutricionistas y médicos, están en contra de su uso en la alimentación.

Las variaciones tanto en la composición de la semilla de girasol como en su contenido de aceites han traído continuos cambios en los procesos de extracción y refinación de aceite. El aceite de Girasol tiene que pasar por un descascarado de la semilla, para poder proceder con la extracción de su aceite, la cual se realiza la extracción por prensado, por solventes o por extracción combinada. (1)

II. 8 Refinación de aceites y grasas

Se denomina refinación (*refino o refinado*) a una serie de operaciones que tienen como objetivo eliminar sustancias presentes en los aceites y las grasas, tales como proteínas, pigmentos, ácidos grasos libres, ceras, entre otros, los cuales son los aportadores de sabor, olor y/o color, afectando la calidad final del producto.

Las principales etapas que suelen realizarse en el refinado de aceites comestibles y para el aceite de Girasol, son las siguientes:

✓ Desgomado o desmucilagínación

Se le asigna la palabra “gomas” a todas aquellas sustancias tales como, fosfolípidos, azúcares, resinas, compuestos proteicos, metales, etc. Que son separadas del aceite durante el proceso de desgomado. Las gomias cuyas

concentración en el aceite crudo de Girasol es de 3,0 %, y estas son moléculas complejas que pueden estar en forma soluble (remoción con agua), insolubles (remoción con ácido cítrico o fosfórico) o coloidal en el aceite.

El proceso de desgomado consiste en la eliminación de mucílago, gomas y resinas. En este proceso se consiguen eliminar principalmente fosfolípidos, la mayoría lecitinas, pero también se reducen los niveles de proteínas, ceras y peróxidos del aceite crudo.

El desgomado o desmucilagínación se puede realizar por insolubilización mediante hidratación (formación mucílago), tratando el aceite crudo con una pequeña cantidad de agua (o con NaCl y agua) o mediante inyección de vapor y de ácido fosfórico (H_3PO_4) o cítrico, seguido de una separación en centrífuga de los fosfolípidos insolubilizados mediante la hidratación.

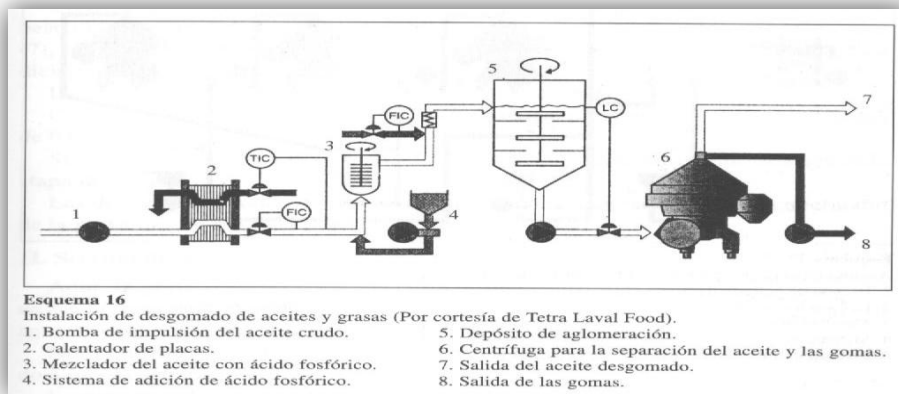


Figura 6. Desgomado de aceites y grasas.

Para la extracción de fosfolípidos hidratables en el aceite de Girasol, es recomendable usar 1% a 2% de agua o de una cantidad igual de fosfolípidos presentes en el aceite y posteriormente se separan por centrifugación; mientras que para los fosfolípidos no hidratables es recomendable usar Acido Fosfórico o Cítrico en una concentración de que varié entre los 0,02%-0,5% ó 0,1%-0,4% respectivamente, de acido en aceite con un tiempo de contacto de 5-30 minutos.

Industrialmente existen dos procesos de desgomado, en seco y húmedo. El seco, es usualmente aplicado a aceites crudos que contienen bajos contenidos de fosfátidos. El aceite se pone en contacto con ácidos para formar aglomerados gomosos, los cuales posteriormente se absorben a tierras de blanqueado y se filtran. En Húmedo, se utiliza para aceites con algún contenido de fosfolípidos, por ejemplo: girasol y soya; el aceite caliente es mezclado con un agente desgomante y mantenido a una temperatura de 70°C-80°C con agitación durante 30 minutos como mínimo.

La misma experiencia puede ser realizada en frío, pero la diferencia entre ambos procesos radica en el hecho de que el desgomado en frío produce la precipitación de las ceras de las cuales se separan junto con las gomas, mientras que están permanecen solubles en el aceite durante el proceso en caliente y deberán ser extraídas en un paso posterior.

La importancia de extraer las gomas radica en: sus propiedades emulsificante que conducen a la formación de emulsiones en la neutralización con la posterior perdidas de aceite neutro; la disminución de la actividad decolorante de las tierras activadas por adsorción de los fosfolípidos, obligando a aumentar el consumo de las mismas. Su carbonización durante los procesos de calentamiento y desodorizado del aceite, lo cual deriva en una coloración marrón del aceite refinado, la formación de compuestos de coordinación o sales con calcio, magnesio, hierro y cobre, los cuales afectan en forma adversa la estabilidad de los productos exudativos. Su posterior utilización para la obtención de lecitinas comerciales siendo la lecitina de girasol junto a la soya y algodón las más empleadas como emulsificante en alimentos y en la industria farmacéutica. (1)

✓ **Neutralización**

Son removidos los ácidos grasos, pigmentos, fosfolípidos, compuestos sulfurados y ácido fosfórico remanente, mediante el agregado de una solución de álcali que

puede ser hidróxido de sodio (sosa cáustica), o carbonato de sodio. La mezcla es agitada a una temperatura elevada y controlada durante un tiempo determinado, en tanques para proceso discontinuo o en mezcladoras en línea. En el caso del refinado continuo, la mezcla se separa por centrifugación.

La proporción y concentración de álcali a utilizar depende de la acidez que presente el aceite. También se van partes de las sustancias colorantes y odoríferas, adsorbidas en los jabones. La mínima cantidad de álcali requerida para la neutralización puede ser calculada a partir de la siguiente fórmula:

$$\% \text{ NaOH} = \% \text{ FFA} * 0,142$$

Donde el %FFA (ácidos grasos libres) es expresado en términos de ácido oleico (PM= 282). Generalmente para mayor seguridad, se agrega un exceso de NaOH al calculado. Cortos tiempos de contacto requieren un mayor exceso de álcali. Debe ponerse especial cuidado en evitar reacción de saponificación.

Aceite +acidez libre + hidróxido de sodio = aceite neutro + jabón.

El término neutralización generalmente se aplica al proceso de eliminar ácidos grasos libres (A.G.L.) de aceites y grasas crudas y se basa en el hecho de que todo ácido reacciona con una base (hidróxido) produciendo una sal y agua. Una acidez alta en las grasas es siempre una advertencia de la baja calidad de sus materias primas, mal o prolongado almacenamiento o inadecuado proceso.

En general, todas las instalaciones de neutralización están equipadas con una o dos etapas de lavado. El propósito es reducir el jabón residual contenido en el aceite luego de la neutralización con soda cáustica y separación del soapstock o borra. Las plantas se caracterizan por su gran flexibilidad, es decir que pueden usarse para procesar prácticamente todo tipo de aceites con calidades de crudo muy diferentes. El proceso básicamente es el siguiente:

En la primera etapa el crudo se calienta a 80-90 C, se mezcla con una pequeña cantidad de ácido fosfórico para acondicionar las gomas no hidratables y luego los ácidos grasos se neutralizan con soda cáustica diluida. Las borras o

soapstock formadas en este proceso son separadas del aceite neutro en la primera centrífuga.

Dependiendo del aceite, del proceso de neutralización utilizado y de la condición operativa de la centrífuga, el jabón residual es 250-1000 ppm aproximadamente. Esto es muy alto para llevar el aceite directamente a blanqueo, ya que el jabón bloquea la tierra de blanqueo e impide que la torta sea descargada del filtro por vibración cuando se utilizan los clásicos filtros verticales de placas filtrantes

El aceite neutralizado se mezcla con 5 a 10% de agua a una temperatura mínima de 90° C, esto es para evitar posibles emulsiones. El agua debe ser blanda, con una dureza máxima de 90 ppm de carbonato de calcio, pues de lo contrario se formarían jabones de estos metales. Las plantas modernas cuentan con un dispositivo de control proporcional en función del caudal de aceite.

La separación del agua y del aceite se efectúa en centrífugas de platos de limpieza manual o automática. El contenido de jabones residuales se reduce aproximadamente en un 90% en cada etapa, es decir, valores menores de 100 ppm puede conseguirse con bastante facilidad. (1)

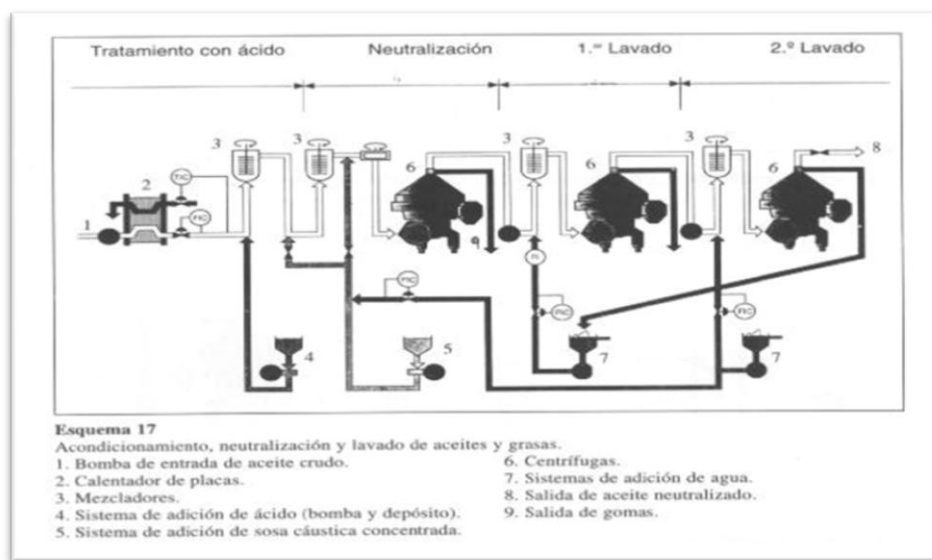


Figura 7. Neutralización y lavado de aceites y grasas

- 1.- Tratamiento con una disolución de NaOH a 65-85°C y centrifugación.
- 2.- Re-neutralización. Nuevo tratamiento con NaOH diluida.
- 3.- Lavado con agua caliente (70-90°C) (suelen realizarse dos) con agua caliente, en agitadores de velocidad controlada para evitar emulsiones y separación en centrifugas con alimentación presurizada.

✓ **Decoloración o blanqueado**

Se trata de eliminar la coloración excesiva del aceite debida a la presencia de distintos pigmentos responsables de coloraciones no deseadas o excesivas en el aceite, como los carotenos, clorofila y derivados, xantofila, gosispol y derivados de oxidaciones del tocoferol.

La decoloración se realiza por suspensión en el aceite de materiales adsorbentes. Estos materiales son distintos agentes blanqueantes, generalmente tierras o carbones absorbentes (carbón activo) y vapor de agua o con arcillas activadas (mezclas de arcillas, activadas por tratamiento con H₂SO₄), que poseen un alto nivel de porosidad.

Los pigmentos son adsorbidos por los agentes decolorantes o blanqueantes y la separación posterior de estos materiales se realiza por filtración en filtros rotatorios y filtros prensa. El aceite retenido en los adsorbentes se extrae con un disolvente y se destila. (1)

✓ **Desodorización**

El objetivo es eliminar distintos compuestos responsables de aromas no deseados en los aceites, o conseguir aceites sin olor ni sabores destinados a la producción de margarinas. Estos compuestos son principalmente aldehídos, cetonas,

carotenoides, tocoferoles, ácidos grasos libres de cadena corta (como el butírico, isovaleriánico o caproico) y esteroides., y algunos compuestos azufrados.

El proceso de desodorización se realiza mediante una destilación al vacío en corriente de vapor de agua o por destilación molecular. La utilización de sistemas continuos en este punto del refinado va aumentando cada vez más, en los que el aceite caliente va pasando a través de una columna en contracorriente con el paso de vapor. Se suele añadir cerca de un 0.01 % de ácido cítrico a los aceites desodorizados para inactivar metales traza como compuestos de hierro o cobre solubles que podrían provocar la oxidación y desarrollo de rancidez

Existen muchos tipos de diseños de torres de destilación, pero el objetivo es el mismo en todas, tratar de poner en contacto lo mas intimo posible la masa de vapor que sube con el aceite liquido que está cayendo, hay una transferencia adecuada de difusión en la masa. (1)



Figura 8. Columna en contracorriente para desodorización Soft Column de Alfa Laval.

✓ **Winterización**

La winterización se emplea para obtener un aceite de mayor nitidez, que no presente turbios (debido a la suspensión de un precipitado fino) durante el almacenamiento.

Consiste en separar del aceite las sustancias con punto de fusión elevado (estearinas, glicéridos muy saturados, ceras y esteroides) que provocarían turbidez y precipitaciones en el aceite al encontrarse este a baja temperatura.

Generalmente se realiza por enfriamiento rápido del aceite con agua fría o equipos frigoríficos, con lo que se consigue la cristalización de los compuestos que queremos eliminar. Estos sólidos (las “*estearinas*”) se separan de las “*oleínas*” por filtración o centrifugación. Típicamente, se somete al aceite a un enfriamiento rápido hasta 5°C y se mantiene durante 24 horas. (1)

✓ **Hidrogenación**

Es un proceso por el que se añade hidrogeno directamente a los puntos de insaturación de los ácidos grasos. La hidrogenación de las grasas ha surgido por la necesidad de:

- Convertir aceites líquidos en aceites de consistencia semisólida, que son de mayor utilidad en ciertos usos alimentarios
- Incrementar la estabilidad térmica y a la oxidación de una grasa o aceite.

En el proceso de hidrogenación, el hidrogeno gaseoso reacciona con la grasa a una temperatura y presión concretas en presencia de un catalizador. El catalizador más ampliamente utilizado es el níquel metálico unido a un portador inerte, y son y son eliminados de la grasa una vez completada la reacción de hidrogenación. (1)

✓ Desencerado

Consiste en la separación de los aceites de ceras con diferentes puntos de fusión. Es similar a la winterización, pero en el descerado, el enfriamiento y la separación de las ceras se realizan de una forma más sofisticada, bajo condiciones controladas.

Las etapas del proceso son: enfriamiento gradual del aceite/miscela hasta sobresaturación y formación de núcleos crecimiento de los cristales, maduración separación de los cristales de ceras por filtración en filtros herméticamente sellados. (1)

Se emplea por ejemplo, con aceites de girasol, maíz y de salvado de arroz.

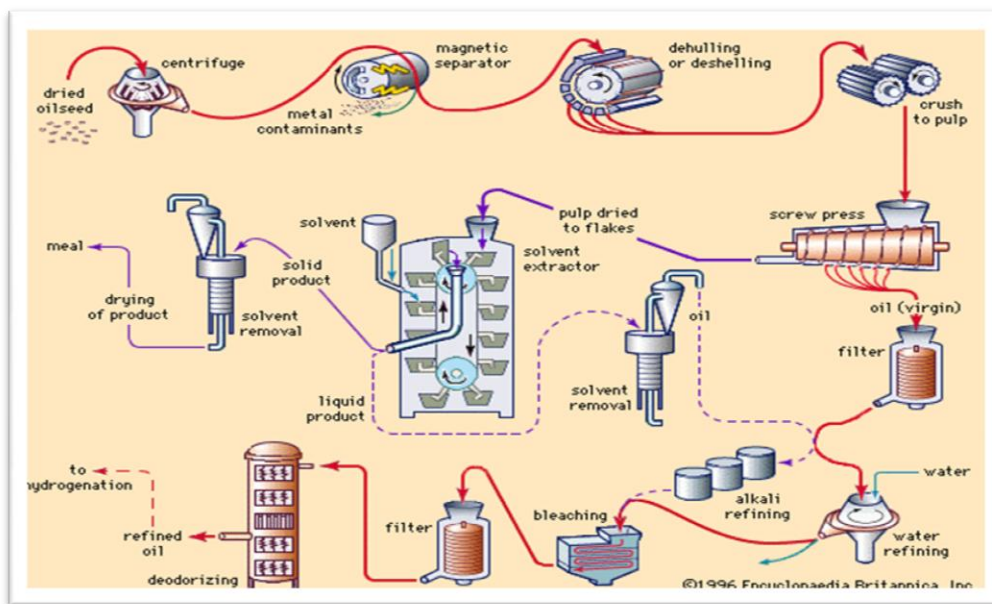


Figura 9. Proceso general de obtención y refinación de aceite de semillas oleaginosas.

II.9 Gravimetría

Los métodos gravimétricos son métodos cuantitativos que se basan en la determinación de la masa de un compuesto puro por acción de la gravedad, con el

que el analito está relacionado químicamente. La gravimetría consiste en determinar la cantidad proporcionada de un elemento, radical o compuesto presente en una muestra, eliminando todas las sustancias que interfieren y convirtiendo el constituyente o componente deseado en un compuesto de composición definida, que sea susceptible de pesarse. (3)

Los cálculos se realizan con base en los pesos atómicos y moleculares, y se fundamentan en una constancia en la composición de sustancias puras y en las relaciones ponderales (estequiometría) de las reacciones químicas. La precipitación es una técnica muy utilizada para separar el analito de las interferencias. (4)

Para calcular el peso del analito a partir del peso del precipitado, con frecuencia se utiliza un factor gravimétrico. Este factor se define como los gramos de analito presentes en un gramo del precipitado.

$$\% \text{ Componente} = \frac{\text{Peso del componente final}}{\text{Peso inicial de la muestra}} * 100$$

II.10 Turbidimetría

La Turbidimetría mide la disminución de la luz transmitida a través de una suspensión de partículas utilizando para ello un espectrofotómetro (detector en la misma dirección del haz de luz, se mide A o T). La Turbidimetría tiene una gran variedad de aplicaciones y permite trabajar con muestras gaseosas, líquidas e incluso con sólidos transparentes. La formación de precipitados difíciles de filtrar, como por ejemplo los gelatinosos o los de tamaño de partícula muy pequeño, suelen proporcionar suspensiones ideales para la aplicación de técnicas basadas en la dispersión de la luz que sustituye a las técnicas gravimétricas. (4)

Cuando se enfría y se agita constantemente una muestra que contenga grasa fundida, se llega a originar una turbidez debido a la formación de cristales de grasa la temperatura de turbidez de una composición dada de una grasa, es

por lo general, constante dentro de ciertos límites y depende, en primer lugar, de la cantidad de grasa saturada que haya presente. Por lo tanto, el punto de turbidez es una indicación de la consistencia que puede esperarse después de la solidificación de la grasa en el aceite. La turbidimetría suelen restringirse para aquellas aplicaciones en las que se mide la concentración de partículas en suspensión existen también otros tipos de aplicaciones basados en las medidas de dispersión de la luz. (5)

CAPITULO III

Descripción de las actividades de las pasantías

III.1 Objetivos de las pasantías

III.1.1 General

Determinar el método óptimo para la medición del contenido de ceras del aceite de girasol blanqueado y desencerado.

III.1.2 Específicos

- ✓ Medir la cantidad de ceras contenidas en el aceite girasol después del proceso de blanqueo y desencerado empleando el método de turbidimetría.
- ✓ Medir la cantidad de ceras contenidas en el aceite girasol después del proceso de blanqueo y desencerado empleando el método de gravimetría.
- ✓ Realizar una comparación entre los métodos ensayados, y establecer las ventajas y desventajas entre ambos.
- ✓ Determinar la posible correlación que existe entre el método de gravimetría y turbidimetría.

III. 2 Actividades realizadas

III.2.1 Adiestramiento de seguridad y estudio de las normas de la corporación.

III.2.2 Recorrido por planta y formación en las operaciones unitarias involucradas en la refinación de aceites y mantecas vegetales.

III.2.3 Revisión Bibliográfica

III.2.4 Obtención de la certificación para la realización de ensayos en el área de laboratorio.

III.2.5 Realización de los ensayos por el método de Turbidimetría y Gravimetría.

III.2.6 Interpretación de resultados obtenidos.

III.2.7 Elaboración del Informe Final

III.2.8 Entrega del Informe final.

III.3 Cronograma de actividades

| Semanas | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 |
|-----------|---|---|---|---|---|---|---|---|---|----|----|----|----|
| Actividad | | | | | | | | | | | | | |
| 2.1 | ■ | | | | | | | | | | | | |
| 2.2 | ■ | ■ | | | | | | | | | | | |
| 2.3 | | ■ | ■ | | | | | | | | | | |
| 2.4 | | | ■ | | | | | | | | | | |
| 2.5 | | | | ■ | ■ | ■ | ■ | ■ | ■ | ■ | ■ | | |
| 2.6 | | | | | | | | ■ | ■ | ■ | ■ | | |
| 2.7 | | | | | | | | | | | | ■ | ■ |
| 2.8 | | | | | | | | | | | | | ■ |

III. 4 Técnicas instrumentales realizadas

III.4.1 Determinación de ceras por turbidimetría

Materiales y equipos a utilizar

- ✓ Turbidímetro marca HACH 2100AN.
- ✓ Celda modelo HACH N° 20849
- ✓ Baño de calentamiento de 60 °C
- ✓ Baño de enfriamiento de 0°C
- ✓ Beaker de 250 ml.
- ✓ Cilindro graduado de 30 ml.

- ✓ Plancha de calentamiento
- ✓ Plancha de calentamiento
- ✓ Acetona grado analítico

Instrucción de trabajo

- ✓ Calentar la muestra a 100°C para liberar humedad y filtrar para eliminar impurezas.
- ✓ Dejar enfriar a temperatura ambiente.
- ✓ Medir 15 ml de acetona grado analítico y 15 ml de muestra en cilindro de 30 ml.
- ✓ Agitar y transferir a celda de turbidímetro.
- ✓ Llevar a baño de 60 °C por 5 minutos.
- ✓ Llevar a baño de 0°C por 5 minutos.
- ✓ Secar la celda y medir los NTU en Turbidímetro.
- ✓ Convierta los NTU obtenidos a ppm por medio de gráfica. Ver Anexo 1° y 2°

III.4.2 Determinación de ceras por gravimetría

Materiales y equipos a utilizar

- ✓ Crisol Good de porosidad 4 o de porcelana
- ✓ Beaker de 100 – 800 ml.
- ✓ Estufa
- ✓ Balanza analítica con precisión de 0.1 mg.
- ✓ Papel filtro Whatman de microfibra GF/B de 24mm de porosidad.
- ✓ Acetona grado analítico.
- ✓ Celite 545 (ayuda filtrante)

Instrucción de trabajo

- ✓ Pesar 100 g. de aceite de girasol o maíz en Beaker
- ✓ Mezcle con 500 ml de acetona grado analítico.
- ✓ Llevar a la nevera a una temperatura entre 0 – 5 °C durante 24 hrs.

- ✓ Preparar el crisol formando una capa con celite, lavar con acetona y llevar a estufa y luego al desecador hasta peso constante.
- ✓ Se filtra la solución de acetona + muestra a través del crisol, la cera depositada es lavada con dos porciones de 25 ml de acetona fría (0-5°C), con el fin de optimizar el lavado, lave las paredes internas del crisol con acetona fría tratando de arrastrar cualquier residuo de mezcla aceite-acetona.
- ✓ Llevar el crisol durante 12 hrs a estufa a 50°C, enfriar en el desecador antes de ser pesado. en.
- ✓ Obtener resultados a través de la siguiente formula:

$$\% \text{ Ceras} = \frac{\text{Peso de las ceras (g)}}{\text{Peso de muestra (g)}} * 100$$

III.4.3 Determinación de acidez libre

Materiales y equipos a utilizar

- ✓ Alcohol etílico desmineralizado (que debe ser neutralizado a la fenolftaleína y con el color rosa permanente).
- ✓ Solución indicadora de fenolftaleína al 1%.
- ✓ Soluciones de NaOH normalizadas, para empleo según la concentración de los ácidos libres.

Instrucción de trabajo

- ✓ Pesa la cantidad apropiada de muestra en un frasco erlenmeyer.
- ✓ Agrega 50.00 ml de alcohol neutralizado y calentado previamente.
- ✓ Se agrega 2ml de indicador de fenolftaleína al 1%.
- ✓ Titular con alcalí, agitando vigorosamente hasta aparición de un rosa tenue que sea persistente por 30 segundos.
- ✓ Realiza los siguientes cálculos:

$$\% \text{ Acidez libre} = \frac{0.282 \times \text{ml} \times N \times 100}{\text{Peso de la muestra}} = A$$

Peso de la muestra

Donde: 0.282 = equivalente del ácido oleico / 1000

ml = mililitros de soda gastados. N= Concentración Normal de álcali (NaOH)

III.4.4 Determinación de jabón método volumétrico

Materiales y equipos a utilizar

- ✓ Acetona 98% preparada 20ml de agua y 980ml de acetona.
- ✓ Solución de HCl 0.01 estandarizada con precisión.
- ✓ Solución indicadora de bromofenol 0.4% en agua

Instrucción de trabajo

- ✓ Tomar 50ml de acetona, se añaden 2 gotas de azul de bromofenol (aparece color verde).
- ✓ Neutraliza titulándola con HCl 0,01 N hasta aparición de color amarillo, lentamente, gota a gota.
- ✓ Pesa en un elenmeyer 50 gramos de la muestra, y añadirle la cantidad neutralizada de acetona.
- ✓ Si forma color verde, procede a titular con HCl 0,01N, agitando constantemente hasta la aparición de color amarillo estable en la fase acetónica. Si no aparece el color verde, es indicativo que la solución carece de Jabón.
- ✓ Cuantificar el jabón obtenido.

III.4.5 Determinación de color en el aceite

Materiales y equipos a utilizar

- ✓ Tintómetro PFK990 (LOVIBOND)
- ✓ Celda de color de 1-5 % pulgadas.

Instrucción de trabajo

- ✓ Calentar la muestra a 100°C para liberar humedad
- ✓ Colocar la muestra en la celda e introducir en el LOVIBOND, y pulsar Read

Este equipo arroja el valor del color rojo y amarillo, como también la cantidad de clorofila que posee la muestra.

III. 5 Resultados obtenidos

Inicialmente se realizó, de manera analítica, la determinación de ceras en el aceite de girasol nacional, por medio de las técnicas de gravimetría y turbidimetría, donde se procedió al cálculo del promedio y la desviación estándar respectivamente, de una serie de resultados obtenidos por ambos métodos. A estos datos se les efectuó un tratamiento analítico o prueba de significancia, siendo esta específica para los análisis realizados por los dos métodos empleados (3). Aunado a esto, se realizaron una serie de análisis a las mismas muestras, como es la acidez, jabón, clorofila y color, con la finalidad de poder establecer parámetros de trabajos, que indiquen un mejor funcionamiento de la planta operativa en cuestión.

Las pruebas estadísticas utilizadas fueron, la “t de Student” la cual por márgenes de probabilidad indica si existen diferencias entre los métodos estudiados, estableciendo la posibilidad de búsqueda de la causa de la diferencia entre ambas técnicas. Por otro lado, la relación de varianza o prueba F, establece si existe una diferencia significativa entre las desviaciones estándar de ambas técnicas. Ambas metodologías se rigen por una serie de valores que expresan el

rango de probabilidad o confiabilidad de un procedimiento de manera estándar respectivamente, verificar tablas de los anexos 3 y 4 (3).

Al aceite proveniente del proceso de blanqueo se le determinó el contenido de ceras, empleando los métodos de turbidimetría y gravimetría. En la tabla N°1, se expresa la cantidad de ceras en partes por millón (ppm) obtenidas por los métodos de turbidimetría y gravimetría, para el aceite neutro de girasol, donde se puede observar una diferencia significativa entre las concentraciones de las ceras precipitadas para ambos métodos. Es importante resaltar que el método de turbidimetría arroja los valores en NTU, por lo tanto se debe aplicar un factor de corrección para transformar el valor a concentración (ppm), por medio de la curva de calibración mostrada en el anexo 1.

Tabla N°1 Concentración de Ceras (ppm) obtenidas para aceite blanqueado, por el método de gravimetría y turbidimetría.

| Salida del Blanqueo | | | | | | | | | | |
|---------------------|------------------------|---------|---------|--------------------------|---------|---------|-------------|-------------|---------------|---------------|
| # Exp. | Método A (Gravimetría) | | | Método B (Turbidimetría) | | | Promedio MA | Promedio MB | Desviación MA | Desviación MB |
| 1 | 786,771 | 785,856 | 786,489 | 259,243 | 260,012 | 258,948 | 786,372 | 259,401 | 0,468 | 0,549 |
| 2 | 819,508 | 820,026 | 819,305 | 367,192 | 366,897 | 367,202 | 819,613 | 367,097 | 0,372 | 0,173 |
| 3 | 903,187 | 903,452 | 902,899 | 395,815 | 393,532 | 395,658 | 903,179 | 395,002 | 0,277 | 1,275 |
| 4 | 811,268 | 810,957 | 810,885 | 323,031 | 325,089 | 322,968 | 811,037 | 323,696 | 0,204 | 1,207 |
| 5 | 871,001 | 870,123 | 870,652 | 345,112 | 346,041 | 341,551 | 870,592 | 344,235 | 0,442 | 2,370 |
| 6 | 935,225 | 936,012 | 935,531 | 425,256 | 425,128 | 424,990 | 935,589 | 425,125 | 0,397 | 0,133 |

En la salida del área de blanqueo se realizó un muestreo analítico por varios días, donde se aplicó análisis gravimétrico para la obtención de ceras,

cuyos valores de concentración permanecieron dentro de la media estándar a medida que variaba el tiempo, indicando de esta manera que los datos permanecían dentro de un intervalo específico (800-900 ppm). Seguidamente a las mismas muestras se les aplicó el método analítico de turbidimetría, donde de manera evidente se observaron diferencias del valor teórico de ceras previamente obtenidas por gravimetría, del mismo modo las desviaciones estándar de las concentraciones para ambos métodos mostraron distintos valores, es decir, no existe un margen de variabilidad numérico específico, por lo tanto se puede concluir que en este punto la cantidad de ceras obtenidas es poco precisa.

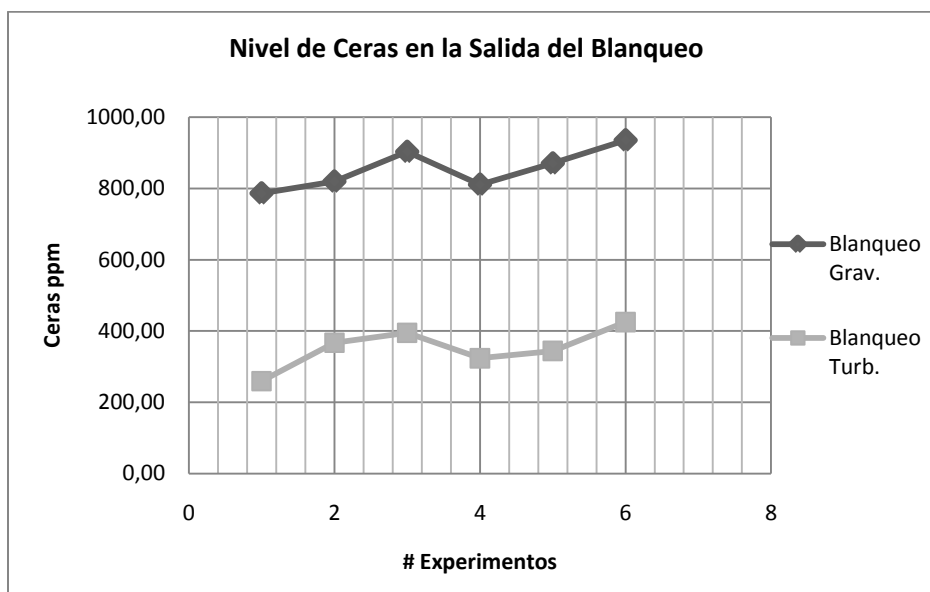


Grafico N°1 Diferencia existente entre la cantidad de ceras por gravimetría y Turbidimetría a la salida de blanqueo

Tabla N°2 Cantidad de Ceras (ppm) obtenidas por diferentes métodos a la salida de desencerado, expresando el promedio y la desviación respectiva de todos los datos

| Salida del desencerado | | | | | | | | | | | |
|------------------------|------------------------|---------|---------|--------------------------|--------|--------|----------------|----------------|------------------|------------------|--|
| # Exp. | Método A (Gravimetría) | | | Método B (Turbidimetría) | | | Promedio MA | Promedio MB | Desviación MA | Desviación MB | |
| 1 | 449,728 | 450,130 | 449,230 | 9,241 | 9,230 | 9,453 | 449,696 | 9,308 | 0,451 | 0,126 | |
| 2 | 509,163 | 509,450 | 508,960 | 9,405 | 9,563 | 9,403 | 509,191 | 9,457 | 0,246 | 0,092 | |
| 3 | 915,150 | 914,980 | 916,030 | 12,267 | 12,486 | 12,465 | 915,387 | 12,406 | 0,564 | 0,121 | |
| 4 | 110,375 | 115,013 | 111,208 | 6,371 | 6,247 | 6,387 | 112,1988 | 6,3349 | 2,4725 | 0,0765 | |
| 5 | 118,526 | 117,425 | 119,005 | 6,134 | 6,117 | 6,145 | 118,3186 | 6,1318 | 0,8101 | 0,0141 | |
| 6 | 110,727 | 110,625 | 110,708 | 7,728 | 7,704 | 7,745 | 110,6865 | 7,7257 | 0,0541 | 0,0206 | |

De la misma manera que se procedió en la salida del blanqueado, se realizó el mismo tratamiento de muestra para la salida de desencerado. En la tabla N°2 está la cantidad de ceras en partes por millón obtenidas por los dos métodos en estudio, donde por el método gravimétrico se obtuvieron valores con alta variabilidad, y de igual manera los presentó las desviaciones estándar arrojadas por estas mismas concentraciones. Vale la pena destacar, que en este punto las concentraciones obtenidas por el análisis gravimétrico se encontraban fuera de especificaciones, debido que el aceite de girasol a desencerar salió del blanqueo con un promedio de concentración aproximado de 900 ppm, por lo tanto según especificaciones de los equipos usados no se deberían obtener concentraciones de ceras a la salida del desencerado con valores iguales o mayores a 100 ppm, ya que esto sería un indicativo que el proceso no fue aplicado de manera exitosa. Por lo que esto último, fue comprobado mediante una prueba cualitativa llamada "Prueba en frío" donde se tomaron las mismas muestra desenceradas y se

sometieron a una temperatura de 0 °C durante 24 horas, si ésta presentaban turbidez antes del lapso de tiempo pautado, el producto no está apto para su comercialización. Las muestras no presentaron turbidez alguna durante las 24 horas de manera que se avaló la hipótesis anterior, donde se expresaba que los valores arrojados por la gravimetría no estaban dentro de especificaciones. Este tipo de pruebas es característica en la industria aceitera, y no posee una norma en específica.

Se puede deducir que para el proceso de desencerado no es recomendable utilizar el método gravimétrico debido que los valores que se obtienen serán incorrectos; sin embargo, no se pudo determinar un motivo concluyente por el cual el método gravimétrico no arroja resultados acordes con el contenido real de ceras de las muestras, ya que la técnica usada se encuentra avalada por la normas AOCS, no obstante, se debe destacar que la porosidad del papel de filtro no es la adecuada, ya que según la norma AOCS se debe emplear uno de 24 μm y actualmente se utiliza uno de 25 μm , lo que pudiese estar introduciendo un error adicional y que se magnifica a medida que se reduce el contenido de ceras de la muestra, adicionalmente el solvente empleado para la prueba, es decir la acetona, puede reaccionar con los recipientes de plástico que se emplean para hacer los análisis, esto debe ser verificado en pruebas posteriores.

Por otra parte, la técnica turbidimétrica mantuvo un rango adecuado entre sus desviaciones estándar y sus concentraciones, por lo que se puede concluir que el método de turbidimetría en este caso es el de mayor confiabilidad.

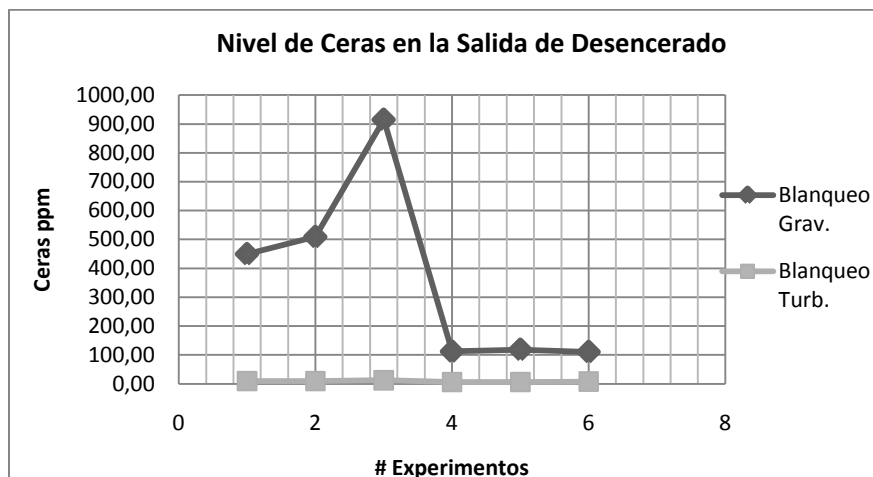


Grafico N°2 Diferencia de valores existente entre la cantidad de ceras por gravimetría y Turbidimetría a la salida de desencerado

Es importante resaltar que el equipo de turbidimetría arroja resultados en unidad de medición de turbidez “NTU o *Nefelometric Turbidity Unit*”, donde por medio de una columna de calibración estándar se transforma el valor en unidades de concentración “ppm o partes por millón”. Estas columnas fueron realizadas específicamente para el girasol winterizado a cierta unidad de concentración y con parámetro de color específico, debido que la técnica se encarga de la medición de la intensidad de un haz de luz como ya fue mencionado, por lo tanto puede verse afectado por cualquier partícula en suspensión en la celda o por la intensidad de color de la muestra, por lo que existen dos tipos de relaciones lineales para estudiar la turbidez en una muestra de girasol:

- ✓ Curva N°1 de girasol winterizado de (0 - 100) ppm, de color Rojo (1,0 - 2,5). Con un factor de regresión lineal $Y=8.178X$ con $R^2=1$. Ver Anexo 1°
- ✓ Curva N°2 de ceras en el aceite girasol winterizado de (0 – 1000) ppm, de color Rojo (2,4 – 3,4). Con un factor de regresión lineal $Y=16.158X$ con $R^2=0.9992$. Ver Anexo 2°

La curva N°1 se realizó empleando muestras de aceite desencerado, con un contenido de ceras menor a 100 ppm, obteniendo un ajuste lineal perfecto. Por otra parte, la curva N°2, se realizó con muestras de aceites con un contenido de ceras superior a los 100 ppm, presentando un ajuste lineal casi perfecto, pero con una diferencia proporcional del doble de la curva N°1, es decir los valores obtenidos mediante la curva N°1 tendrían la menor del orden de magnitud que los obtenidos, si se utilizara la curva N°2, por lo tanto se puede concluir que para determinar valores de ceras por debajo de 100 ppm se debe utilizar la curva N°1, y para valores superiores a 100 ppm se debe usar la curva N°2.

A continuación, se presenta la tabla N°3, donde se determina el contenido de ceras por ambos métodos, pero utilizando el factor $Y=16.158$ para turbidimetría.

Tabla N°3 “Concentración de Ceras (ppm) en aceite blanqueado, usando el factor de transformación $Y=16.158X$ para el método turbidimétrico”

| Salida del Blanqueado | | | | | | | | | | |
|-----------------------|------------------------|---------|---------|--------------------------|---------|---------|-------------|-------------|---------------|---------------|
| # Exp. | Método A (Gravimetría) | | | Método B (Turbidimetría) | | | Promedio MA | Promedio MB | Desviación MA | Desviación MB |
| 1 | 786,771 | 785,856 | 786,489 | 512,209 | 513,663 | 511,562 | 786,372 | 512,478 | 0,468 | 1,076 |
| 2 | 819,508 | 820,026 | 819,305 | 725,494 | 724,848 | 725,494 | 819,613 | 725,279 | 0,372 | 0,373 |
| 3 | 903,187 | 903,452 | 902,899 | 782,047 | 777,523 | 781,724 | 903,179 | 780,431 | 0,277 | 2,524 |
| 4 | 811,268 | 810,957 | 810,885 | 638,241 | 642,281 | 638,079 | 811,037 | 639,534 | 0,204 | 2,380 |
| 5 | 871,001 | 870,123 | 870,652 | 681,868 | 683,645 | 674,758 | 870,592 | 680,090 | 0,442 | 4,703 |
| 6 | 935,225 | 936,012 | 935,531 | 840,216 | 839,893 | 839,570 | 935,589 | 839,893 | 0,397 | 0,323 |

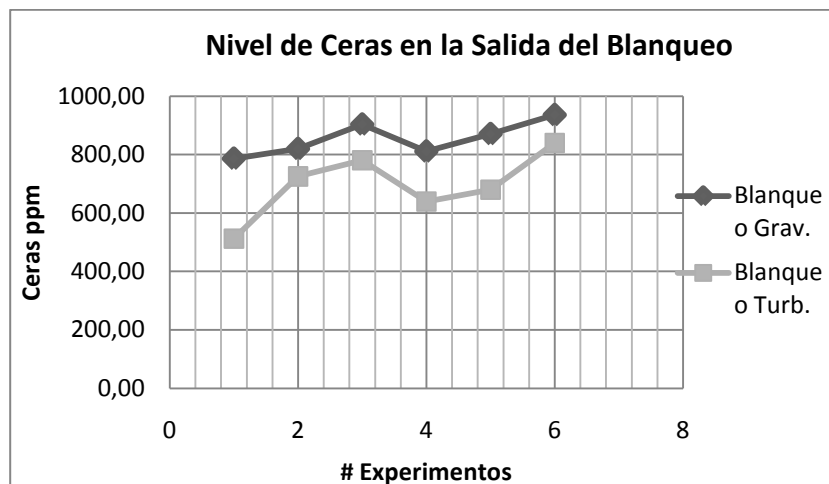


Grafico N°3 “Diferencia existente entre la cantidad de ceras por gravimetría y Turbidimetría a la salida de blanqueo, aplicando el factor $Y=16.158X$ ”

En la tabla N°3, se puede apreciar la variación existente entre las técnicas analíticas empleadas, luego de ajustar los datos con el factor $Y=16.158$, en vez de usar el factor $Y=8.178$. Se puede notar en el grafico N°3 que la desviación entre una y otra, es menor a la mostrada en el grafico N°1, por lo que se corrobora que para el muestreo aplicado a la salida del blanqueo es recomendable usar el factor de $Y=16.158X$, el cual se arregla mejor a la medición de turbidez en este punto, por lo explicado anteriormente.

Por otra parte, debido a que el análisis de las desviaciones estándar de ambos métodos no es concluyente, se le aplicó la prueba de varianza F y la t de Student, para realizar una verificación analítica de las desviaciones de ambos métodos, como se muestra en la tabla N°4.

Tabla N°4 “Aplicación del método estadístico F y t de Student, en las desviaciones obtenidas para los resultados analíticos ya estudiados”

Salida del Blanqueado

| n1 MA | n2 MB | t | s1 ² MA | s2 ² MB | F |
|-------|-------|-----------|--------------------|--------------------|----------|
| 3 | 3 | 716,0416 | 0,219 | 1,157 | 5,2738 |
| 3 | 3 | 310,7882 | 0,138 | 0,139 | 0,9925 |
| 3 | 3 | 543,5466 | 0,076 | 6,370 | 83,2758 |
| 3 | 3 | 1031,9240 | 0,041 | 5,665 | 136,7400 |
| 3 | 3 | 527,7874 | 0,195 | 22,114 | 113,1586 |
| 3 | 3 | 295,4249 | 0,157 | 0,104 | 1,5071 |

Salida del desencerado

| n1 MA | n2 MB | t | s1 ² MA | s2 ² MB | F |
|-------|-------|-----------|--------------------|--------------------|-----------|
| 3 | 3 | 1196,3559 | 0,203 | 0,016 | 12,8854 |
| 3 | 3 | 2485,9758 | 0,061 | 0,008 | 7,1787 |
| 3 | 3 | 1962,0655 | 0,318 | 0,015 | 21,7590 |
| 3 | 3 | 52,4390 | 6,113 | 0,0059 | 1043,2523 |
| 3 | 3 | 169,6016 | 0,656 | 0,0002 | 3313,3472 |
| 3 | 3 | 2330,4081 | 0,003 | 0,0004 | 6,8920 |

Los métodos estadísticos utilizados se basan en el estudio de las desviaciones de cada método y establecen un error entre los mismos. Inicialmente se aplicó el método de la t de Student, donde se estableció un parámetro de confiabilidad del 99%, 95%, 90% y 50% usando la tabla del anexo 3, el cual

estableció que las desviaciones arrojadas por los análisis de cada método poseen una diferencia significativa entre valores, de manera que no se podrá establecer un factor matemático entre las mismas debido a que ambas poseen errores significativos.

Por otra parte, se corroboraron los resultados con la relación de varianza F, la cual con una confiabilidad del 95% según la tabla del anexo 4, estableció que solo algunos valores entraban dentro del rango, por lo que se puede concluir que ambos son procedimientos que no siempre son confiables, y poseen una variabilidad según el tipo de aceite neutro que se vaya a procesar.

III. 6 Conclusión

✓ El método de gravimetría presenta una variabilidad en sus resultados, debido a que se basa en la precipitación de ceras presentes en el aceite neutro de girasol, usando como solvente polar aprotico la acetona, la cual reacciona con los recipientes plásticos donde se realizan los análisis.

✓ El papel de filtro empleado para el análisis de gravimetría no posee la porosidad adecuada, según lo establecido por las normas AOCS.

✓ El método de Turbidimetría también posee un error en sus mediciones, debido que este mide la intensidad de un haz de luz por medio de un fotómetro de filtro, el cual se encarga de medir la dispersión de las partículas suspendidas en la celda, debido que se hacen precipitar en un lapso corto de tiempo las posibles ceras en el aceite neutro, la turbidez presente en la celda puede verse afectada por muchas variables, y una de estas es la posible humedad que existe durante el proceso de precipitación.

✓ El método de turbidimetría es el más apto para realizar los cálculos de concentración de ceras.

✓ Para concentraciones de cera inferiores a 100ppm se debe emplear el factor de corrección $Y=8.178$.

✓ Para concentraciones de cera superiores a 100ppm se debe emplear el factor de corrección $Y=16.158$.

✓ No se puede establecer un factor numérico entre método y método, para establecer un valor teórico aproximado de los resultados arrojados por la Turbidimetría, debido que no existe relación alguna entre los mismos, y ambos poseen un grado de imprecisión por separado.

III.7 Recomendaciones

✓ Emplear el método de turbidimetría para realizar los análisis de contenido de ceras.

✓ Realizar análisis de ceras por gravimetría empleando el papel de filtro adecuado.

✓ Realizar análisis de gravimetría en recipientes de un material adecuado que no reaccione con el solvente.

III.8 Bibliografía

1. Mehrencacher, V. C. *Análisis de grasas y aceites*. España : Enciclopedia de la Química Industrial-Tomo 6, 1979.

2. Rivarola, Gustavo J. *Cristalización de ceras durante la refinación de aceite de Girasol*. San Luis : Universidad nacional de San Luis , 1988.

3. Day, R.A y Underwood, L.A. *Química analítica cuantitativa 1989*. Mexico : Prentice-Hall Hispanoamericana , 1989.

4. Raymond, Chang, Saucedo, Jimena y José, Hernández. *Química General*. España : McGraw-Hill Interamericana, 2008.

5. Dirección Nacional de Innovación Académica. [En línea] Universidad Nacional de Colombia.

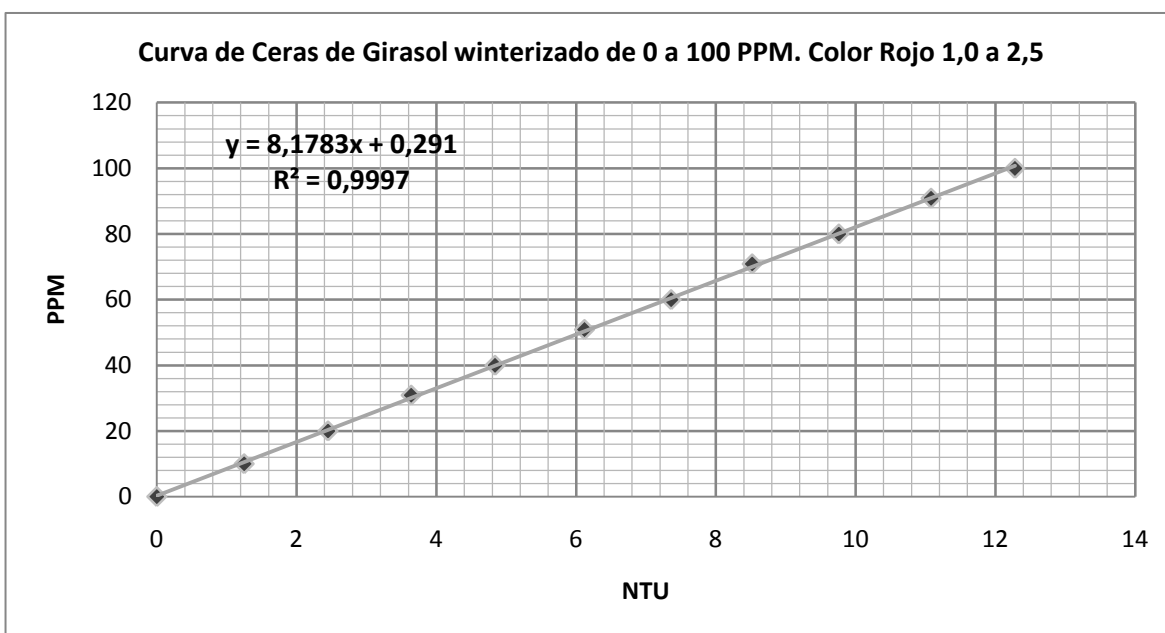
http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/ciencias/2000024/lecciones/cap02/02_04_12.htm.

6. Skoog, West, Holler, Crouch. *Fundamentos de química analítica*. México, DF : THOMSON, 2005.

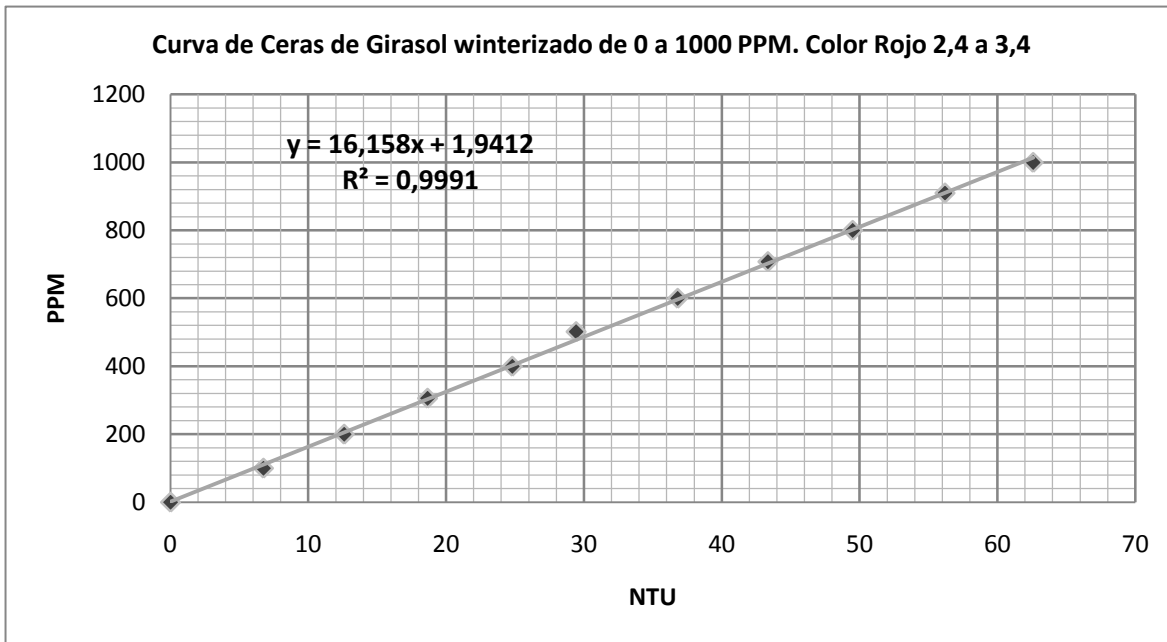
7. Normas A.O.C.S.G-5-40 Revisión 1993.

III.9 Anexos

Anexo 1° Curva de Calibración del Turbidímetro Marca HACH 2100AN, para muestras de Girasol que poseen un color Rojo de 1.0 a 2.5



Anexo 2° Curva de Calibración del Turbidímetro Marca HACH 2100AN, para muestras de Girasol que poseen un color Rojo de 2.4 a 3.4



Anexo 3° Tabla de valores estándares para establecer la confiabilidad de un método, para la prueba estadística de t de Student

| Valores de t de Student | | | | | |
|-------------------------|----------------------------|-------------------------|-------|--------|--------|
| # Observaciones | # Grados de libertad n - 1 | Niveles de probabilidad | | | |
| | | 50% | 90% | 95% | 99% |
| 2 | 1 | 1,000 | 6,314 | 12,706 | 63,660 |
| 3 | 2 | 0,816 | 2,920 | 4,303 | 9,925 |
| 4 | 3 | 0,765 | 2,353 | 3,182 | 5,841 |
| 5 | 4 | 0,741 | 2,132 | 2,776 | 4,604 |
| 6 | 5 | 0,727 | 2,015 | 2,571 | 4,032 |
| 7 | 6 | 0,718 | 1,943 | 2,447 | 3,707 |
| 8 | 7 | 0,711 | 1,895 | 2,365 | 3,500 |
| 9 | 8 | 0,706 | 1,860 | 2,306 | 3,355 |
| 10 | 9 | 0,703 | 1,833 | 2,262 | 3,250 |
| 11 | 10 | 0,700 | 1,812 | 2,228 | 3,169 |
| 21 | 20 | 0,687 | 1,725 | 2,086 | 2,845 |
| ∞ | ∞ | 0,674 | 1,645 | 1,960 | 2,576 |

Fuente: (3)

Anexo 4° Tabla de valores estándares establecidos para la prueba estadística F con un nivel de probabilidad de 95%

| Valores F a un nivel de probabilidad de 95% | | | | | | |
|---|---|------|------|------|------|------|
| n - 1 para s ² mas pequeñas → | n - 1 para s ₂ mas grandes ↓ | | | | | |
| | 3 | 4 | 5 | 6 | 10 | 20 |
| 3 | 9,28 | 9,12 | 9,01 | 8,94 | 8,79 | 8,66 |
| 4 | 6,59 | 6,39 | 6,26 | 6,16 | 5,96 | 5,8 |
| 5 | 5,41 | 5,19 | 5,05 | 4,95 | 4,74 | 4,56 |
| 6 | 4,76 | 4,53 | 4,39 | 4,28 | 4,06 | 3,87 |
| 10 | 3,71 | 3,48 | 3,33 | 3,22 | 2,98 | 2,77 |
| 20 | 3,1 | 2,87 | 2,71 | 2,6 | 2,35 | 2,12 |

Fuente: (3)

Anexo 5° Imagen del Equipo Tintómetro PFK990 (LOVIBOND)



Anexo 6° Imagen del Equipo Turbidímetro marca HACH 2100AN



Anexo 7° Imagen de los dosificadores empleados



Anexo 8° Imagen de la balanza analítica

