



INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

**ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA
E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**

**OBTENCIÓN DE ÁCIDOS GRASOS A PARTIR DE
ACEITE DE COCO, SOYA Y CANOLA MEDIANTE
HIDRÓLISIS ÁCIDA**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE
INGENIERO QUÍMICO INDUSTRIAL**

P R E S E N T A

ADRIAN PADRON MORENO

ASESOR

M. en C. JESÚS TORRES CALDERÓN

MÉXICO DF

Septiembre 2015





SECRETARÍA
DE
EDUCACIÓN PÚBLICA

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
DEPARTAMENTO DE EVALUACIÓN Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO



T-065-15

México, D. F., 01 de julio del 2015.

Al C. Pasante:
ADRIAN PADRON MORENO

Boleta:
2009320470

Carrera:
IQI

Generación:
2010-2014

Mediante el presente se hace de su conocimiento que este Departamento acepta que el **C. M. en C. Jesús Torres Calderón**, sea orientador en el tema que propone usted desarrollar como prueba escrita en la opción **Tesis Individual**, con el título y contenido siguiente:

“Obtención de ácidos grasos a partir de aceite de coco, soya y canola mediante hidrólisis ácida”.

- Resumen.
- Introducción.
- I.- Aceites y grasas.
- II.- Ácidos grasos.
- III.- Tensoactivos o agentes de tensión superficial.
- IV.- Desarrollo experimental.
- V.- Análisis de resultados.
- Conclusiones.
- Bibliografía.
- Anexos.

Se concede un plazo máximo de un año, a partir de esta fecha, para presentarlo a revisión por el Jurado asignado.

M. en C. María Elena Jiménez Vieyra
Academia de Química Analítica.

M. en C. Jesús Torres Calderón
Director de Tesis
Ced. Prof. 1475896

Lic. Guillermo Alberto de la Torre Arteaga
Jefe del Departamento de Evaluación y Seguimiento Académico

Ing. Víctor Manuel Feregrino Hernández
Subdirector Académico Interino

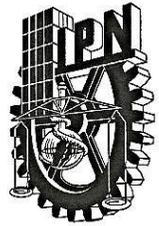
c. c. p.-Subdirección Académica
c. c. p.-Evaluación y Seguimiento Académico
c. c. p.- Control Escolar.
GATA/rcr



SECRETARÍA
DE
EDUCACIÓN PÚBLICA

INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL

ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS
DEPARTAMENTO DE EVALUACIÓN Y SEGUIMIENTO ACADÉMICO



T-065-15

México, D. F., 15 de julio del 2015.

Al C. Pasante:
ADRIAN PADRON MORENO
PRESENTE

Boleta:
2009320470

Carrera:
IQI

Generación:
2010-2014

Los suscritos tenemos el agrado de informar a usted, que habiendo procedido a revisar el borrador de la modalidad de titulación correspondiente denominado:

“Obtención de ácidos grasos a partir de aceite de coco, soya y canola mediante hidrólisis ácida”

encontramos que el citado Trabajo de **Tesis Individual**, reúne los requisitos para autorizar el Examen Profesional y **PROCEDER A SU IMPRESIÓN** según el caso, debiendo tomar en consideración las indicaciones y correcciones que al respecto se le hicieron.

Atentamente

JURADO

Ing. Andrea Mármol Salazar
Presidente

Ing. Silvia Buenavista Palacios
Secretario

Q.B.P. Adriana Naranjo Martínez
1er. Vocal

M. en C. Jesús Torres Calderón
2º Vocal

Ing. Katia Deloya Lagunas
3er. Vocal

c.c.p.- Expediente
GATA/rcr

RECONOCIMIENTOS

Al **INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL**. Por ser una Institución creadora de profesionistas de alta calidad y con alto grado de compromiso con el desarrollo del país. Por darme las bases para mi desarrollo profesional, por la riqueza intelectual y por las enseñanzas de vida. Quedo siempre agradecido.

A la **ESCUELA SUPERIOR DE INGENIERÍA QUÍMICA E INDUSTRIAS EXTRACTIVAS**, por darme las herramientas necesarias para afrontar los retos de mi profesión, por ser mi hogar durante mi estancia en ella, por apoyarme y por permitirme realizar este proyecto en el laboratorio de química analítica. Gracias.

Al profesor **JESÚS TORRES CALDERÓN**. Por ser una persona que me apoyó y creyó en mí desde el principio de nuestra amistad, por darme los conocimientos necesarios para elaborar este proyecto, por las facilidades y los consejos brindados. Gracias por su apoyo.

AGRADECIMIENTOS

A **Dios** por ser el apoyo y la guía en cada etapa de mi vida. Por darme la oportunidad de lograr una meta más.

A mi madre:

Irene Moreno Castañeda

Le agradezco todo lo que ha hecho por mí, por los consejos, por mi educación, por apoyarme a cumplir mis sueños y mis objetivos, por quererme tanto. Por la paciencia que me ha tenido cuando me he equivocado, por darme valores. Por siempre creer en mí. Gracias.

A mi padre:

Juan Padron Martínez

Por ser siempre mi ejemplo, por los regaños que me han hecho ser una mejor persona, por ser mi héroe y mi amigo.

A mis hermanas:

Ivonne Padron Moreno

Lizette Padron Moreno

Por el apoyo que me brindan, por su compañía, por escucharme cuando lo he necesitado. A mis angelitas en el cielo (Nadia e Irene) por cuidar de mí y de nuestra familia, por estar en los momentos difíciles y también en los más felices de mi vida.

A mis **familiares y amigos** por las aventuras que hemos vivido, cada una con un aprendizaje nuevo, por su compañía y por soportarme en los momentos difíciles.
Gracias.

ÍNDICE GENERAL

CONTENIDOS	Pág.
Resumen	i
Introducción	ii
CAPÍTULO I. ACEITES Y GRASAS	
1.1 Naturaleza de los aceites y grasas	2
1.2 Clasificación de los aceites y grasas	3
1.3 Triglicéridos	4
1.4 Características fisicoquímicas de las grasas y aceites	5
1.4.1 Aceite de coco	5
1.4.1.1 Extracción del aceite de coco	8
1.4.2 Aceite de canola	9
1.4.2.1 Extracción del aceite de canola	10
1.4.3 Aceite de soya	11
1.4.3.1 Extracción del aceite de soya	11
CAPÍTULO II. ÁCIDOS GRASOS	
2.1 Generalidades	15
2.2 Clasificación de los ácidos grasos	15
2.2.1 Ácidos grasos saturados	16
2.2.2 Ácidos grasos insaturados	17
2.3 Propiedades físicas de los ácidos grasos	18
2.3.1 Polaridad	18
2.3.2 Densidad	19
2.3.3 Solubilidad	19
2.3.4 Punto de fusión	20
2.4 Obtención de los ácidos grasos	20
2.4.1 Hidrólisis alcalina	22
2.4.2 Hidrólisis ácida	23
2.5 Principales reacciones de los ácidos grasos	23
2.5.1 Esterificación de ácidos grasos	24
2.5.2 Saponificación de ácidos grasos	25
2.5.3 Autooxidación o enranciamiento de ácidos grasos insaturados	26
2.5.4 Hidrogenación	27
2.5.5 Sulfatación	27
2.6 Procesamiento de los ácidos grasos	27
2.6.1 Neutralización	28

2.6.2	Decoloración y deodorización	29
2.6.3	Winterización o hibernación	30
2.7	Aplicaciones de los ácidos grasos	31

CAPITULO III. TENSOACTIVOS O AGENTES DE TENSIÓN SUPERFICIAL

3.1	Generalidades	34
3.2	Características y clasificación de los tensoactivos	35
3.2.1	Tensoactivos aniónicos	37
3.2.2	Tensoactivos catiónicos	38
3.2.3	Tensoactivos anfotéricos	39
3.2.4	Tensoactivos no-iónicos	39
3.3	Composición de un detergente comercial	40

CAPITULO IV. DESARROLLO EXPERIMENTAL

4.1	Material y equipo	43
4.2	Reactivos	43
4.3	Experimentación	44
4.3.1	Diagrama de bloques de la obtención de ácidos grasos	44
4.3.2	Obtención de ácidos grasos	45
4.3.3	Análisis de las propiedades fisicoquímicas de los aceites vegetales y ácidos grasos obtenidos	51
4.3.3.1	Determinación del índice de saponificación. Método estándar para aceites	52
4.3.3.2	Determinación del índice de acidez. Método volumétrico para acidez de aceites	55
4.3.3.3	Determinación del índice de refracción. Método del refractómetro	56
4.3.3.4	Determinación del índice de yodo. Método Kaufmann para aceites	59
4.3.3.5	Determinación de la densidad. Método del picnómetro	62
4.3.4	Obtención de tensoactivos no-iónicos	64
4.3.4.1	Diagrama de bloques de la obtención de tensoactivos no-iónicos	64
4.3.4.2	Neutralización de los ácidos grasos con trietanolamina	65
4.4	Resultados de la experimentación	69

CAPITULO V. ANALISIS DE RESULTADOS

5.1	Ácidos grasos libres	72
5.2	Índice de saponificación	73
5.3	Índice de acidez	74
5.4	Índice de yodo	75

CONCLUSIONES	77
BIBLIOGRAFÍA	78

ANEXOS

Anexo A	NMX-F-149-1970. Determinación del índice de titer en aceites y grasas vegetales.	81
----------------	--	----

INDICE DE FIGURAS

Figura 1	Estructura química de triglicérido	2
Figura 2	Ejemplo del origen de los aceites y grasas	3
Figura 3	Aceite de coco	6
Figura 4	Aprovechamiento integral del coco	7
Figura 5	Aceite de canola	9
Figura 6	Aceite de soya	11
Figura 7	Estructura química de un ácido graso	15
Figura 8	Estructura química de un ácido graso saturado. Tomada de Gavilán, 2005:14.	16
Figura 9	Estructura química de un ácido graso insaturado. Tomada de Gavilán, 2005:14.	17
Figura 10	Ejemplo de una micela	18
Figura 11	Esquema de ácidos grasos. Tomada de Gavilán, 2005:14.	20
Figura 12	Hidrólisis de grasas y aceites	21
Figura 13	Hidrólisis alcalina de grasas y aceites	22
Figura 14	Hidrólisis ácida de grasas y aceites	23
Figura 15	Esterificación de ácidos grasos	25
Figura 16	Ejemplo de la reacción de saponificación	25
Figura 17	Ejemplo de las reacciones de saponificación y esterificación	25
Figura 18	Enranciamiento de los ácidos grasos	26
Figura 19	Hidrogenación de ácidos grasos y triglicéridos	27
Figura 20	Refinamiento de un aceite vegetal crudo	28
Figura 21	Equipo desodorizador continuo	30
Figura 22	Efecto de los tensoactivos con la suciedad	34
Figura 23	Ejemplo de las estructuras químicas de los tensoactivos	37
Figura 24	Dodecil bencen sulfato de sodio	37
Figura 25	Amina grasa en medio ácido	38
Figura 26	Alquil dimetil betaína	39
Figura 27	Laurato de sorbitán	40
Figura 28	Adición del aceite vegetal a la glicerina cáustica caliente	45
Figura 29	Calentamiento de la glicerina cáustica y el aceite de coco a 120°C	45
Figura 30	Adición de agua destilada caliente hasta formar el jabón (hidrólisis)	46
Figura 31	Formación de jabón (espuma)	46
Figura 32	Adición de ácido sulfúrico al 30%	47
Figura 33	Primera etapa de separación de fases	47
Figura 34	Segunda etapa de separación de fases	48
Figura 35	Separación total de fases	48
Figura 36	Eliminación de la capa acuosa	49
Figura 37	Lavados con agua destilada caliente	49
Figura 38	Recolección del ácido graso	50
Figura 39	Ácidos grasos que se obtienen de los aceites vegetales de soya, canola y coco	50

Figura 40	Solución de hidróxido de potasio con el aceite vegetal para la determinación del índice de saponificación	52
Figura 41	Montaje del equipo para saponificación	53
Figura 42	Solución de hidróxido de potasio y el aceite vegetal con la fenolftaleína	54
Figura 43	Titulación con HCl valorado	54
Figura 44	Refractómetro de ABBE	56
Figura 45	Limpieza del refractómetro de ABBE con solvente	57
Figura 46	Colocación de la muestra para lectura en el refractómetro ABBE	57
Figura 47	Toma de lecturas de cada muestra de aceite vegetal y ácido graso	58
Figura 48	Solución del aceite o ácido graso con tetracloruro de carbono	59
Figura 49	Preparación de las muestras y del testigo para la determinación del índice de yodo	60
Figura 50	Decoloración de las muestras después de agregarle el almidón para terminar la titulación con tiosulfato de sodio	61
Figura 51	Decoloración de las muestras durante la titulación con tiosulfato de sodio	61
Figura 52	Diagrama de bloques de la obtención de tensoactivos	64
Figura 53	Trietanolamina caliente 80-100°C	66
Figura 54	Ácidos grasos con trietanolamina	66
Figura 55	Agua destilada caliente 70-80°C	67
Figura 56	Eliminación del jabón durante la saponificación	67
Figura 57	Enfriamiento del producto	68
Figura 58	Tensoactivo no-iónico obtenido de los ácidos grasos de coco	68
Figura 59	Ácidos grasos que se obtienen de los aceites vegetales de soya, canola y coco	69
Figura 60	Tensoactivos no-iónicos obtenidos de los aceites vegetales de soya, canola y coco	69

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1	Características fisicoquímicas de algunos aceites vegetales	5
Tabla 2	Composición del aceite de coco	6
Tabla 3	Composición del aceite de soya	13
Tabla 4	Ejemplo de ácidos grasos saturados	16
Tabla 5	Ácidos grasos insaturados	17
Tabla 6	Densidades de algunos ácidos grasos	19
Tabla 7	Aplicaciones industriales de los ácidos grasos	32
Tabla 8	Propiedades fisicoquímicas de los aceites vegetales analizados	70
Tabla 9	Propiedades fisicoquímicas de los ácidos grasos obtenidos vía hidrólisis ácida	70
Tabla 10	Comparación de los ácidos grasos libres presentes en aceites vegetales y ácidos grasos	72
Tabla 11	Comparación del índice de saponificación entre aceites vegetales y ácidos grasos	74
Tabla 12	Comparación del índice de acidez entre aceites vegetales y ácidos grasos	75
Tabla 13	Comparación del índice de yodo entre aceites vegetales y ácidos grasos	76
Tabla 14	Tipo de aceite según el índice de yodo	76

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfica 1	Resultados de los análisis de ácidos grasos libres en aceites vegetales y ácidos grasos	72
Gráfica 2	Resultados de los análisis del índice de saponificación en aceites vegetales y ácidos grasos	73
Gráfica 3	Resultados de los análisis del índice de acidez en aceites vegetales y ácidos grasos	74
Gráfica 4	Resultados de los análisis del índice de yodo en aceites vegetales y ácidos grasos	75

ÍNDICE DE DIAGRAMAS

Diagrama 1	Clasificación y características de aceites y grasas	4
Diagrama 2	Método de extracción del aceite de coco vía prensado total	8
Diagrama 3	Extracción del aceite de soya	12
Diagrama 4	Clasificación y características de los agentes tensoactivos	36

RESUMEN

El presente trabajo tiene el objetivo de proponer la metodología de obtención de ácidos grasos por medio de una reacción de hidrólisis ácida, para ser empleados dentro de la industria farmacéutica, de alimentos y cosmética.

Se tomaron como punto de partida los aceites vegetales de coco, soya y canola debido a que son los aceites que predominan en el mercado y a que tienen propiedades únicas, como es el caso del aceite de coco. La vía de obtención es la hidrólisis ácida ya que ésta representa un proceso económico, eficiente y fácil de realizar, obteniendo productos de buena calidad y de valor agregado.

Los productos obtenidos por la hidrólisis ácida fueron analizados para determinar sus propiedades fisicoquímicas y se llegó a la conclusión de que tanto los ácidos grasos como los agentes tensoactivos obtenidos cumplen con las exigencias que demanda el mercado y pueden ser comercializados sin ningún problema.

A manera de ejemplificar una de las aplicaciones de los ácidos grasos, se eligió crear agentes tensoactivos mediante saponificación, por las ventajas que representa en comparación con otros métodos de obtención y la facilidad con la que puede reproducirse y comprobarse.

En nuestro país son pocas las industrias que se dedican a la elaboración de ácidos grasos y de éstas el número de industrias de capital nacional es reducido, lo que promueve que las industrias químicas que requieren de ellos en sus procesos productivos, se vean obligadas a importarlos y comprarlos a un precio mayor. Esto representa una oportunidad para que emprendedores y empresarios inviertan en esta industria poco competida a nivel nacional.

INTRODUCCIÓN

El mercado de los ácidos grasos ha evolucionado desde los últimos 50 años, esto se debe a dos factores, el primero es el avance tecnológico, es decir las nuevas aplicaciones que tienen los ácidos grasos, junto con el desarrollo técnico-económico consecuente y la disponibilidad de materia prima.

Los suministros de sebo disponibles para uso industrial superan los 3 mil millones de libras al año en los Estados Unidos y la necesidad de aplicaciones del tipo no comestible, de los aceites vegetales y sus derivados, es un constante reto para la agricultura, así como una oportunidad de desarrollo.

La tecnología agrícola todavía está abierta a los avances científicos, en el futuro puede haber nuevas vías bioquímicas o enzimáticas para construir estas cadenas en cuanto a longitud, reactividad y estructura química. Por lo tanto, en la próxima década los productos de la tecnología de los ácidos grasos tendrán sin duda un amplio desarrollo en la industria química.

Las materias primas utilizadas en la fabricación de ácidos grasos son diversas y se pueden clasificar según su origen, natural, tales como aceites y grasas naturales, o sintético, a partir de un corte petrolero. Es importante determinar las propiedades fisicoquímicas de ellos para poder decretar el tipo de aplicación que se les dará, por lo que se someten a análisis cualitativos y cuantitativos que nos indican las características del aceite o grasa en cuestión. Las principales propiedades que se deben conocer son el índice de saponificación, índice de yodo, índice de refracción, índice de acidez, densidad, entre otras.

Basados en la investigación documental elaborada se sabe que existe una amplia gama de procesos de obtención de ácidos grasos, los cuales implican condiciones de operación complejas y requieren procesos complicados de refinamiento, entre los inconvenientes del costo de producción. Ésta es la razón por la cual en esta tesis se propone utilizar el método de hidrólisis ácida, ya que es económico, de condiciones de operación menos críticas y satisface la calidad que el mercado demanda. Se pretende ofrecer un método que ayude a las industrias afines a estos productos a conseguirlos a menor costo implementándolo en sus procesos productivos.

El análisis realizado en esta tesis se enfoca a tres principales ácidos grasos de origen vegetal: coco, soya y canola, lo cual deja fuera a muchos otros sin dejar de ser funcional en cualquiera de ellos y presenta resultados similares.

CAPÍTULO I

ACEITES Y GRASAS

Las grasas y aceites son los constituyentes principales de las células almacenadoras de energía en animales y plantas, constituyen una de las reservas alimenticias importantes del organismo. Se pueden extraer estas grasas animales y vegetales obteniéndose así sustancias como aceite de maíz, de coco, de semilla de algodón, de palma; sebo, grasa de tocino y mantequilla.

Desde el punto de vista químico, las grasas son ésteres carboxílicos derivados de un solo alcohol, el glicerol, $\text{HOCH}_2\text{CHOHCH}_2\text{OH}$, y se conocen como glicéridos, más específicamente, se trata de triglicéridos. Cada sustancia grasa se compone de glicéridos derivados de ácidos carboxílicos diferentes. Las proporciones de los diversos ácidos varían de unas grasas a otras, cada una de ellas tiene su composición característica y única.

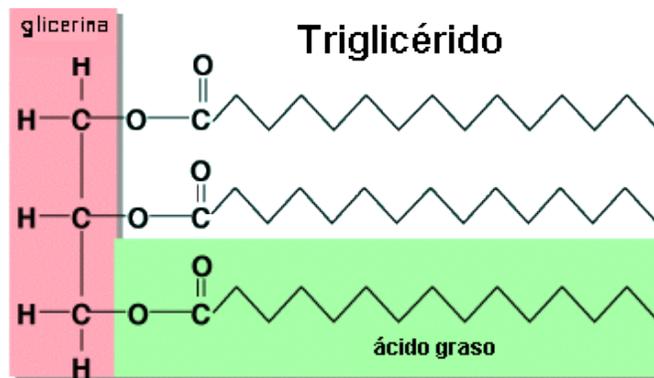


Figura 1. Estructura química de triglicérido.

1.1 Naturaleza de los aceites y grasas

En general, el término "grasa" se usa para referirnos a los materiales sólidos, a temperatura ambiente; mientras que el término "aceite" se refiere a los que son líquidos en las mismas condiciones.

Tienen como característica ser solubles en solventes orgánicos como éter etílico, n-hexano o el cloroformo, pero son insolubles en agua, con una densidad menor que 1, menor a la densidad del agua. Ver diagrama 1.

1.2 Clasificación de aceites y grasas

En base a su origen, las grasas se clasifican en animales, vegetales y mezclas. Dentro de las grasas de origen animal hay grasas poli-insaturadas (origen marino), grasas insaturadas (grasa de aves), moderadamente insaturadas (manteca porcino), saturadas (sebo vacuno) y mezclas de todas las anteriores.

Dentro de las grasas vegetales, tenemos aceites más insaturados (girasol, maíz o soja) que otros (oliva, palma o coco). Un tercer grupo de lípidos de interés creciente es el formado por mezclas de grasas y subproductos industriales cuya materia prima original es la grasa. En este grupo tenemos las oleínas, las lecitinas, las grasas de freiduría, los subproductos industriales y los destilados procedentes de la industria del glicerol y de los ácidos grasos.



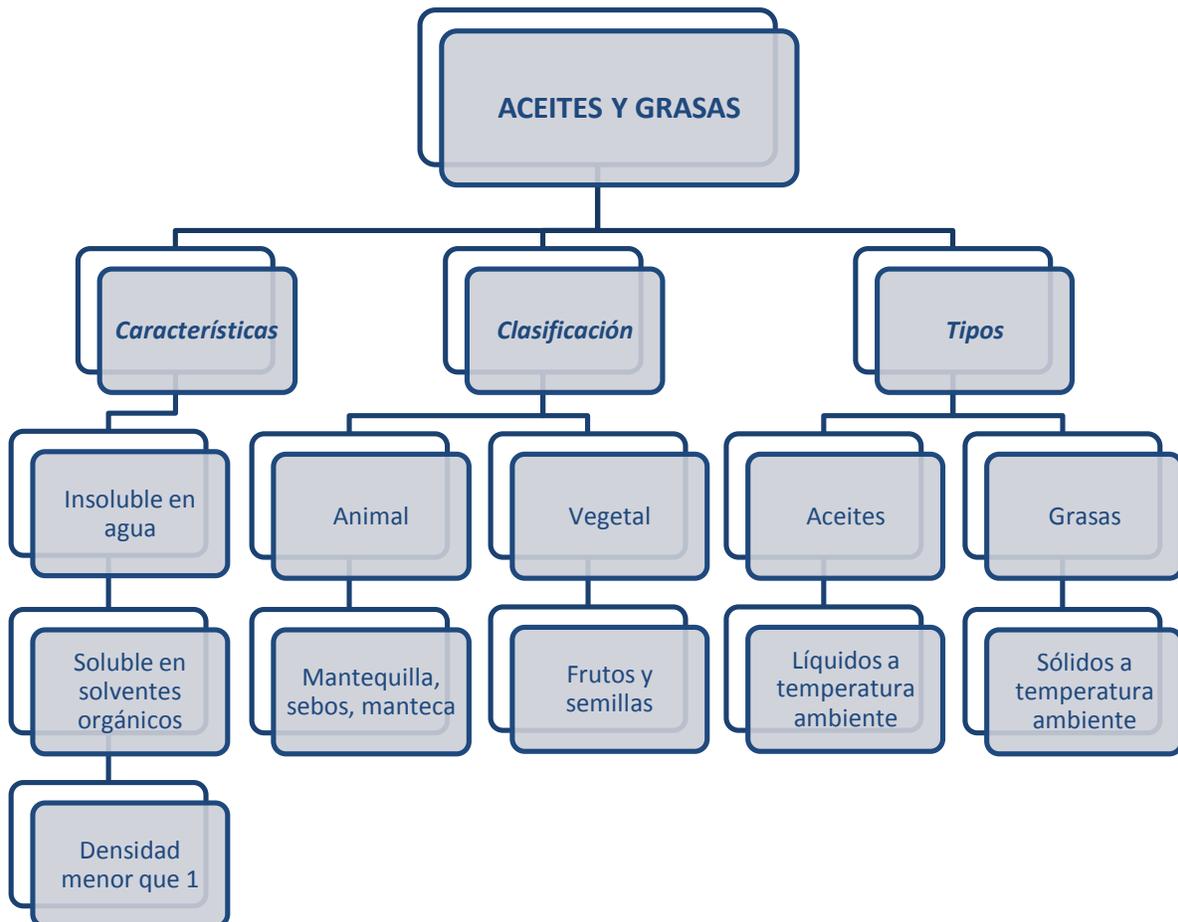
Figura 2. Ejemplo del origen de los aceites y grasas.

1.3 Triglicéridos

Son los constituyentes principales de los aceites vegetales y las grasas animales. Son compuestos que tienen densidades más bajas que el agua (flotan sobre el agua), y pueden ser sólidos o líquidos a la temperatura normal del ambiente.

Un triglicérido, también llamado triacilglicérido, es un compuesto químico que consiste de una molécula de glicerol y tres ácidos grasos. Ver figura 1.

Diagrama 1. Clasificación y características de aceites y grasas.



1.4 Características fisicoquímicas de las grasas y aceites

⁶Aportan información acerca de su origen y autenticidad. Se determinan por análisis fisicoquímicos como son el índice de saponificación, índice de yodo, acidez libre, punto de fusión, densidad, etc. En la Tabla 1 se presentan valores característicos de las propiedades para aceites vegetales.

Tabla 1. Características fisicoquímicas de algunos aceites vegetales⁶.

Aceite	Canola	Girasol	Coco	Oliva	Soya
gravedad específica a 25/25 °C	0.914-0.917	0.915-0.919	0.908-0.921	0.909-0.919	0.916-0.922
índice de refracción a 25 °C	1.495-1.467	1.471-1.475	1.448-1.450	1.466-1.468	1.471-1.475
índice de yodo	110-126	115-142	6-11	79-90	120-140
índice de saponificación	188-193	188-192	248-265	188-199	189-195
punto titer °C (punto de fusión)	---	16-20	23-26	17-28	20-27
% materia insaponificable	menor de 2.0	menor de 1.5	menor de 1.5	menor de 1.8	0.5-2.0
% ácidos saturados	---	8-14	80-90	9-18	10-18
% ácidos insaturados	---	86-90	5-10	83-91	82-90

1.4.1 Aceite de coco

²Se obtiene de la pulpa de la nuez de coco. En los países originarios (Ceilán, India) la extracción se hace de la pulpa fresca, mientras que en Europa y en América el aceite se extrae de la pulpa seca (copra). La pulpa fresca contiene del 30 al 40% de aceite y el 50% de agua; la copra contiene del 60 al 70% de aceite. El aceite de coco tiene un olor característico, es blanco o ligeramente amarillento y se encuentra de una manera líquida por encima de los 25 grados centígrados de temperatura.



Figura 3. Aceite de coco.

El aceite de coco tiene una composición única: contiene de 45 a 50% de ácido láurico y de 13 a 18% de ácido mirístico y otros ácidos de cadenas de entre 8 y 10 carbonos. Contiene poco ácido palmítico 10% y muy poco ácido esteárico 3%.

Tabla 2. Composición del aceite de coco

Ácidos	Contenido (Porcentaje, %)
Láurico	45 a 50
Mirístico y de C10 y C8	13 a 18
Palmítico	7 a 10
Esteárico	2 a 3
Insaturados por cada 100 de oléico	5 a 8
Insaturados por cada 100 de linoléico	1 a 2.5

Los ácidos insaturados presentes son pocos, 5 a 8% de ácido oleico y 1 a 2.5% de ácido linoléico. El alto contenido en ácidos grasos saturados de peso molecular relativamente bajo y la escasez de ácidos grasos insaturados dan lugar a las características del aceite de coco.

Hay que hacer notar que, a diferencia de la mayor parte de los aceites de origen vegetal, las características de los diversos aceites de coco, cualquiera que sea su procedencia, no presentan variaciones.

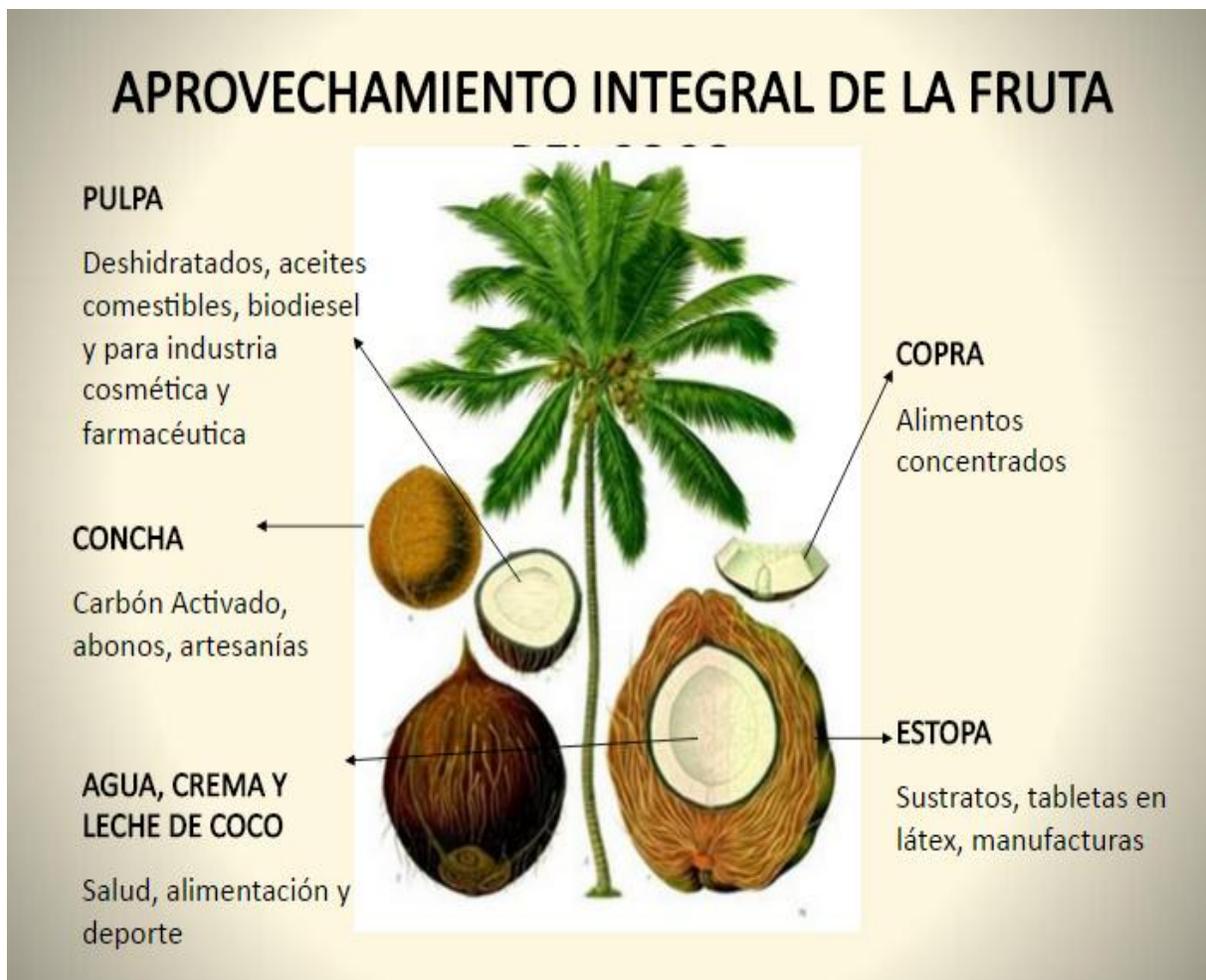


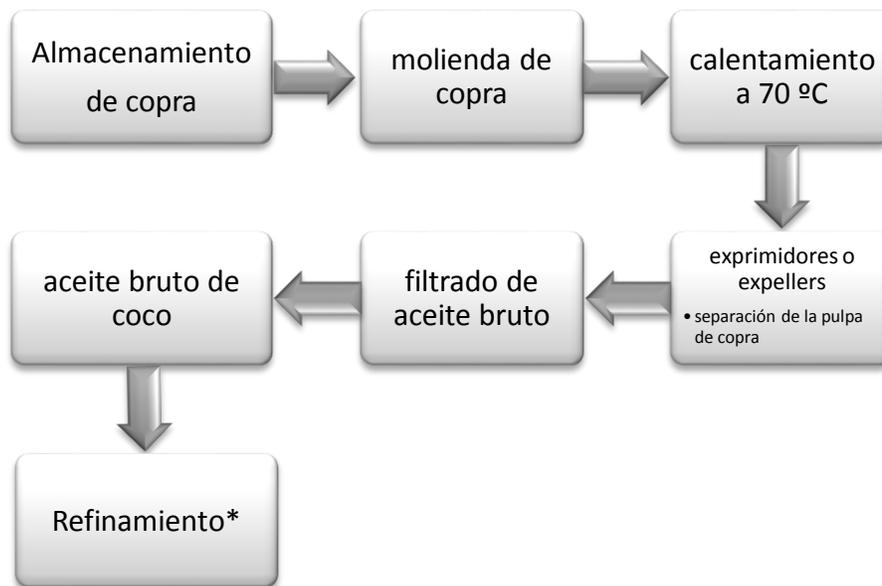
Figura 4. Aprovechamiento integral del coco.

1.4.1.1 Extracción del aceite de coco

Se lleva a cabo por dos métodos: mecánicamente por prensas; o por el uso de solventes. Ambos métodos utilizan tecnología estándar que ha sido desarrollada en la industria del aceite vegetal. Para semillas de aceite tales como las de la copra que tienen un alto contenido de aceite, la extracción mecánica es eficiente y económica. Para semillas de aceite con bajo contenido de aceite o para extracciones posteriores de aceite de la pasta de la copra, el método de extracción por solvente es el más adecuado. El material de residuo de la extracción del aceite se llama pulpa de copra.

La extracción mecánica del aceite involucra seis etapas básicas mostradas en el diagrama simplificado de la extracción del aceite de coco vía prensado total (Diagrama 2): almacenamiento de la copra; preparación de la copra-molienda; calentamiento de la copra molida; extracción del aceite - presión total; procesamiento del aceite extraído y almacenamiento de productos.

Diagrama 2. Método de extracción del aceite de coco vía prensado total.



*En el capítulo 2.5 se hablará del proceso de refinamiento y otros tratamientos que se le da a los aceites y grasas.

1.4.2 Aceite de canola

⁶Es la conversión genética de la semilla de colza a canola, siendo una planta oleaginosa de la especie Brassica, al igual que la col, el brócoli, las coles de Bruselas y la mostaza. La semilla se cultiva en regiones con clima frío, tales como China, India y Canadá, siendo este último el mayor productor. La canola se distingue de colza tradicional por los niveles grandemente reducidos de ácidos grasos, ácido erúxico y compuestos anti-nutricionales llamados glucosinolatos.



Figura 5. Aceite de canola.

La semilla de canola es un nabo con un contenido de aceite de 38 a 48% y con humedad de 5 a 7%. El aceite se obtiene por compresión mecánica y mediante extracción con solvente. El aceite crudo así obtenido contiene pequeñas cantidades de impurezas como son fosfolípidos (0.5–0.8%), ácidos grasos libres (0.5-0.8%), insaponificables (0.1–0.8%), por lo que es necesario refinarlo. El aceite extraído de esta semilla tiene estabilidad similar a la del aceite de soya, debido a su contenido de ácido linolénico. Las características fisicoquímicas de este aceite se presentan en la tabla 1.

1.4.2.1 Extracción del aceite de canola

Las semillas de canola se limpian a base de vibraciones y sistemas neumáticos; en seguida se trasladan a los silos de almacenaje, los cuales cuentan con la ventilación necesaria para mantener condiciones óptimas de almacenaje tanto en temperatura como en humedad.

La forma en que se extrae el aceite de la semilla de canola es muy parecido a la extracción del aceite de coco, por la vía la mecánica y por solventes. El primer paso es hojuelar la semilla, posteriormente se cuece, eliminando bacterias y hongos, de esta forma queda lista para el prensado.

Debido al alto contenido de aceite en la semilla es necesario hacer la extracción en dos pasos, el primero de ellos es el de las máquinas de prensa, en donde se exprime aproximadamente el 50% de este aceite. La tecata resultante es la semilla ya prensada, que está lista para la segunda etapa. Se somete a uno de dos tipos de extracción de aceite para aprovechar la mayor parte del aceite restante. El aceite puede ser extraído utilizando algún solvente, por lo general hexano, por extracción por prensado en frío.

Las tecatas entran al extractor por solventes en donde se realizan baños con hexano; el cual tiene la capacidad de atrapar las grasas, llevándose consigo el aceite remanente en las semillas. El hexano nunca se mezcla con el aceite, por lo que posteriormente en equipos evaporadores, aplicando temperatura y vacío, se convierte el hexano líquido en vapores de hexano que son fácilmente separables del aceite, quitándolo así en su totalidad. Después en equipos condensadores se pasa a fase líquida y se reutiliza en el proceso una infinidad de veces. El producto de las dos extracciones se mezcla para dar lugar al aceite crudo de canola.

La refinación de aceites comestibles incluye una serie de tratamientos como el desgomado, neutralización, blanqueo, deodorización y acondicionamiento para el invierno. En general hay dos métodos para el procesamiento del aceite vegetal comestible, uno es refinado físico y el otro es refinado químico.

1.4.3 Aceite de soya

⁶Se obtiene de las semillas de una leguminosa (*Soja mas*), siendo su producción una de las más altas en el mundo. Son originarias de China donde se han cultivado desde hace más de 3000 años. El aceite crudo se obtiene por comprensión o por extracción con solvente, son un rendimiento del 20% en base seca. Un aceite crudo de buena calidad es de color ligeramente ámbar, el cual después de refinado adquiere el color amarillo pálido. El aceite producido de soya en mal estado tiene color café oscuro que es difícil o imposible de eliminar en el proceso de refinación. La composición del aceite se muestra en la tabla 3.



Figura 6. Aceite de soya.

1.4.3.1 Extracción del aceite de soya

Comienza con la preparación de las semillas de soya, las cuales deben limpiarse, secarse y descascarillarse mediante una separación mecánica. Las semillas también necesitan ser calentadas a 75°C, lo que hace que el proceso de extracción sea más fácil.

En el procesamiento de aceite de soya, por lo general se debe cortar la soya en copos y luego ponerla en unos extractores de percolación y sumergirla con un disolvente. Tras eliminar el hexano, los copos extraídos solo contienen alrededor de 1% de aceite y se utiliza o como harina de ganado o para producir productos alimenticios tales como la proteína de soya. El hexano se separa del aceite de soya en evaporadores y el hexano evaporado se recupera y se devuelve al proceso de extracción, mientras que el hexano libre de aceite de soya crudo se refina más. El proceso de extracción y refinamiento simplificado se puede observar en el diagrama 3.

Diagrama 3. Extracción del aceite de soya.



La soya comparada con las demás oleaginosas, es la que menor proporción de contenido de aceite; por ejemplo, mientras el ajonjolí tiene un contenido de aceite de cerca de 47%, la soya solamente alcanza un 17%. En contraparte, esta última tiene un contenido de pasta del 76%, mientras que el primero sólo alcanza un 47%. El contenido de aceites en la semilla de soya varía del 13 al 26%.

Tabla 3. Composición del aceite de soya

Ácidos	Contenido (% Peso)
Linoléico	48 a 60
Oléico	16 a 30
Linolénico	8 a 9
Grasos saturados	15

Este aceite en bruto contiene además elevados porcentajes de mono glicéridos que consisten en fosfolípidos que son separados del aceite en la refinación.

El aceite crudo contiene ciertas impurezas que consisten principalmente de fosfátidos (1.5 – 2.5%), ácidos grasos libres (0.5% aprox.), e insaponificables (<1.5%). El aceite refinado y parcialmente hidrogenado se utiliza en la elaboración de margarinas y mantecas de repostería. También se utiliza sin hidrogenar en mezclas con otro tipo de aceites, pero su tendencia a la reversión del sabor, limita su uso. La reversión del sabor se le acredita a la presencia del ácido linoléico (C-18:3) que se caracteriza por su inestabilidad al ser expuesto al oxígeno del aire o a temperatura alta. En la tabla 1 se presentan algunas características de este tipo de aceite.

CAPÍTULO II. ÁCIDOS GRASOS

2.1 Generalidades

Ácidos grasos es el nombre común de los ácidos orgánicos con un grupo carboxilo (-COOH) en el extremo y con una cadena que puede variar entre 4 a 30 átomos de carbono, generalmente de forma lineal. Su forma general es R-COOH como se muestra en la figura 7.

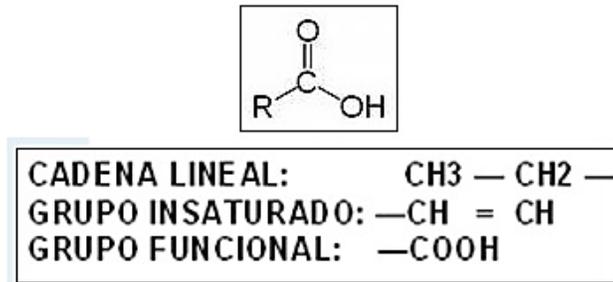


Figura 7. Estructura química de un ácido graso.

El grupo incluye ácidos orgánicos de cadena lineal e incluso de cadena ramificada o estructura cíclica. Una cadena corta, se refiere a los ácidos grasos con 6 carbonos o menos, como el ácido butírico que se encuentra en la mantequilla. Los de cadena media contienen entre 8 y 12 carbonos y suelen encontrarse en grasas sintéticas. Los ácidos grasos de cadena larga contienen hasta 27 carbonos. Los más comunes son los de cadena de 16 a 18 carbonos de longitud. Casi todas las grasas naturales consisten principalmente de estructuras de cadena larga o triglicéridos.

2.2 Clasificación de los ácidos grasos

Se basa en las características de su cadena carbonatada y se clasifican de acuerdo al grado de saturación en *saturados* e *insaturados*. Un ácido graso que contenga todo el hidrógeno que pueda incluir en su cadena carbonatada se denomina ácido graso saturado. Un ácido graso insaturado contiene uno o más dobles enlaces en los que es posible unir átomos de hidrógeno adicionales.

2.2.1 Ácidos grasos saturados

¹³Sólo tienen enlaces simples entre los átomos de carbono, es decir no poseen dobles enlaces. La mayoría son sólidos a temperatura ambiente. Las grasas de origen animal son generalmente ricas en ácidos grasos saturados. Ejemplos de este tipo de ácidos el mirístico (14 carbonos), el palmítico (16 carbonos) y el esteárico (18 carbonos).

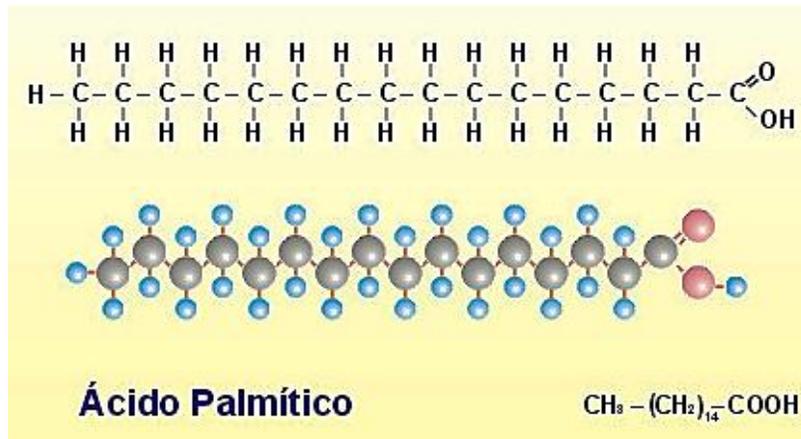


Figura 8. Estructura química de un ácido graso saturado.

Otros ácidos grasos saturados con estructura más complicada son el butanoico, el hexanoico y el octanoico, y tienen un olor desagradable. Los ácidos esteárico y palmítico son materiales grasos que tienen poco olor. El ácido palmítico es un sólido blanco grisáceo, untuoso al tacto, de fórmula $\text{CH}_3 - (\text{CH}_2)_{14} - \text{COOH}$. Es un ácido graso saturado que se encuentra en gran proporción en el aceite de palma. En la tabla 4 se dan ejemplos de ácidos grasos saturados.

Tabla 4. Ejemplo de ácidos grasos saturados.

Butírico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$
Láurico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$
Mirístico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$
Palmítico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$
Esteárico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$
Araquídico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$

2.2.2 Ácidos grasos insaturados

Tienen uno o varios enlaces dobles en su cadena y sus moléculas presentan codos, con cambios de dirección en los lugares donde aparece un doble enlace, son generalmente líquidos a temperatura ambiente. Son ejemplos el oléico (18 carbonos, un doble enlace) y el linoléico (18 carbonos y dos dobles enlaces).

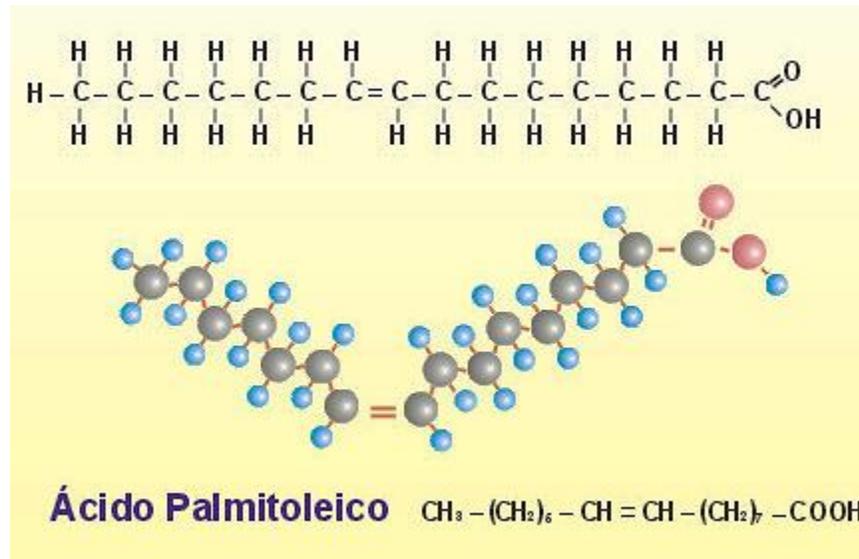


Figura 9. Estructura química de ácido graso insaturado.

Cuando existe más de un doble enlace, estos están siempre separados por lo menos tres carbonos. Las dobles ligaduras nunca son adyacentes ni conjugadas.

La tabla 5 contiene algunos ejemplos de ácidos grasos insaturados.

Tabla 5. Ácidos grasos insaturados.

Linolenico	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Linoleico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Araquidónico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$
Oleico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$
Erúxico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_{11}\text{COOH}$
Palmitoléico	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{HC}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$

2.3 Propiedades físicas de los ácidos grasos

Dependen fundamentalmente de la longitud de la cadena hidrocarbonatada apolar hidrófoba, así como de la presencia del grupo carboxilo polar. Son solubles en agua pero a medida que la cadena hidrocarbonatada es mayor, aumenta la solubilidad en solventes apolares y disminuye en solventes polares. Por otra parte, el punto de fusión también depende de la longitud de la cadena, a medida que aumenta la longitud, aumenta su punto de fusión.

La insaturación altera algunas de las características de los ácidos grasos, la solubilidad de ellos en alcohol aumenta con el número de dobles enlaces, mientras que el punto de fusión disminuye.

2.3.1 Polaridad

La cadena hidrocarbonada es apolar y cuanto más larga sea y menos dobles enlaces tenga, menor es su solubilidad en agua. Por su parte, el grupo carboxilo es polar y está ionizado a pH neutro (su valor de pK_a está entre 4 y 5). Estas dos características hacen que los ácidos grasos sean moléculas anfipáticas (un extremo soluble en agua y el otro extremo rechaza el agua) que pueden formar micelas en el medio acuoso, en las que los grupos polares están en la superficie y las partes apolares quedan inmersas en el interior de la micela.

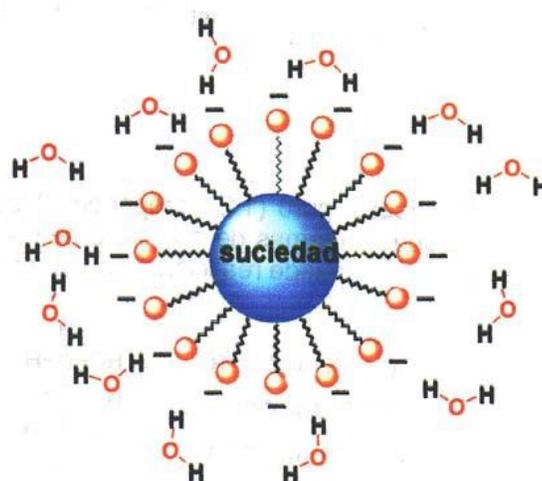


Figura 10. Ejemplo de una micela.

2.3.2 Densidad

Los ácidos grasos son menos densos que el agua. A continuación se muestra la tabla con los valores de algunos ácidos grasos, tabla 6.

Tabla 6. Densidades de algunos ácidos grasos.

Ácido graso	Densidad (g/cm ³)	Temperatura
Saturados		
Butírico (4:0)	0,959	20°C
Valérico (5:0)	0,939	20°C
Caproico (6:0)	0,928	20°C
Enántico (7:0)	0,918	20°C
Caprílico (8:0)	0,910	20°C
Pelargónico (9:0)	0,907	20°C
Cáprico (10:0)	0,886	40°C
Láurico (12:0)	0,869	50°C
Mirístico (14:0)	0,859	60°C
Palmítico (16:0)	0,849	70°C
Margárico (17:0)	0,840	80°C
Esteárico (18:0)	0,839	80°C
Araquídico (20:0)	0,824	100°C
Behénico (22:0)	0,822	100°C

2.3.3 Solubilidad

⁵Los ácidos grasos son moléculas bipolares o anfipáticas (del griego *amphi*, doble). La cabeza de la molécula es polar o iónica y por tanto hidrófila. La cadena hidrocarbonada es apolar o hidrófoba que presenta grupos metileno (-CH₂-) y grupos metilo (-CH₃) terminales.

Por eso las moléculas de los ácidos grasos son anfipáticas, pues por una parte, la cadena alifática es apolar y por tanto, soluble en disolventes orgánicos (lipófila), y por otra, el grupo carboxilo es polar y soluble en agua (hidrófilo).

2.3.4 Punto de fusión

La longitud y el grado de insaturación de los ácidos grasos condicionan su punto de fusión. El aumento del número de átomos de carbono de la cadena hace aumentar el punto de fusión. Por su parte, la presencia de dobles enlaces hace bajar la temperatura de fusión.

Ácidos palmítico y oleico, modelo compacto y fórmula esquemática. Ejemplos de un ácido graso saturado, el ácido palmítico, y un ácido graso insaturado, el ácido oleico.



Ácido oleico, modelo compacto.



Ácido palmítico, modelo compacto.



Fórmula esquemática del ácido oleico.



Fórmula esquemática del ácido palmítico.

En los ángulos se encuentran los grupos $-CH_2-$ y en el extremo, el grupo $-CH_3$.



Figura 11. Esquema de ácidos grasos⁵

2.4 Obtención de los ácidos grasos

Se consiguen mediante el desdoblamiento de los triglicéridos presentes en grasas y aceites. El proceso es exclusivamente de naturaleza hidrolítica, razón por la que es necesaria la presencia de agua. A temperatura ambiente, el agua y los aceites son insolubles entre sí, por lo que la hidrólisis progresa muy lentamente; sin embargo existen numerosos agentes catalíticos que aceleran la velocidad de la reacción. Gracias a ellos, tienen amplia aplicación en la industria.

A temperaturas superiores a 200°C la solubilidad del agua en los aceites y ácidos grasos aumentan tanto que la hidrólisis progresa rápidamente, aún en ausencia de catalizadores. Aprovechando esta circunstancia, se construyen plantas desdobladoras continuas, operando a contracorriente. El conjunto de ácidos grasos obtenidos por desdoblamiento de las distintas materias grasas se somete a fraccionamiento mediante destilación, cristalización o extracción por solventes. Si se desea separar los ácidos de distinta longitud de cadena, por ejemplo, el láurico del palmítico, se emplea la destilación fraccionada; si, por otra parte, se trata de separar distintos ácidos de la misma longitud de cadena, tales como el esteárico, del oleico y el linoleico, cada uno de los cuales posee 18 átomos de carbono, aunque se distinguen por el distinto grado de insaturación, precisará operar por cristalización fraccionada o por extracción mediante solvente.

Las grasas y aceites son una fuente de ácidos de cadena recta con un número par de carbonos.

La reacción general de desdoblamiento de grasas es la hidrólisis:

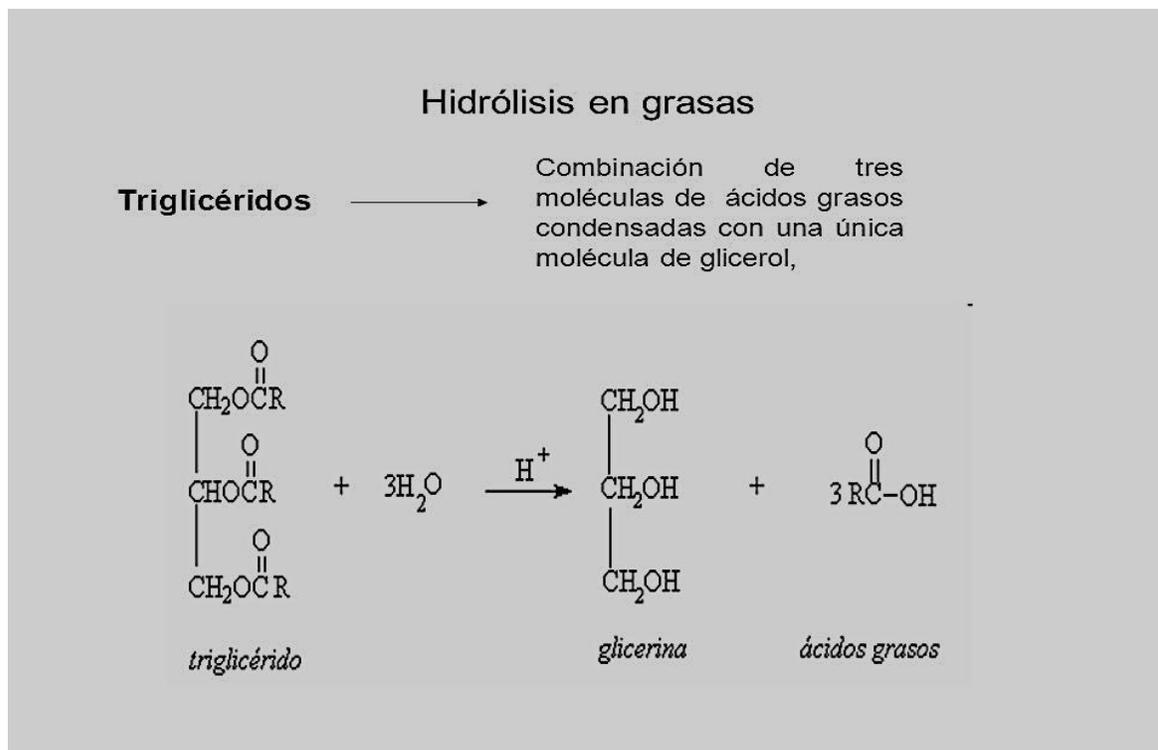


Figura 12. Hidrólisis de grasas y aceites.

El producto de la reacción es una capa acuosa que lleva en disolución la glicerina y la parte aceitosa que contiene los ácidos grasos. La dificultad de la reacción está en la inmiscibilidad^a del agua y la grasa a desdoblar. Todo lo que contribuya al íntimo contacto de los reactantes favorecerá a la reacción: agitación, temperatura, presión y catalizadores que provoquen acciones superficiales tendentes a que el agua moje la grasa. Esto explica las diversas variantes o direcciones de trabajo que existen para el desdoblamiento de las grasas.

2.4.1 Hidrólisis alcalina

Esta reacción utiliza álcalis como la sosa concentrada o potasa, con agitación y calentamiento. El proceso da lugar a la hidrólisis de los grupos éster del triglicérido y recibe el nombre de saponificación. Como resultado se obtiene una molécula de glicerina (líquido) y tres moléculas de ácidos carboxílicos (los ácidos grasos). A su vez, estos ácidos grasos reaccionan con la sosa produciendo tres ésteres de sodio o jabones. La pasta resultante se trata con una disolución de cloruro de sodio para favorecer la precipitación o solidificación del jabón. Este se separa por filtración de la disolución acuosa que contiene la glicerina (la solubilidad del jabón disminuye en una disolución acuosa de cloruro de sodio).

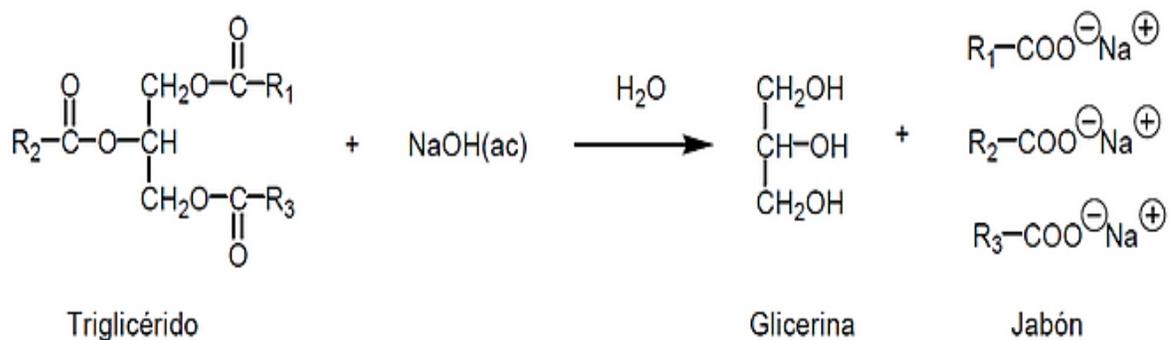


Figura 13. Hidrólisis alcalina de grasas y aceites.

^a Dificultad que tienen el agua y el aceite para mezclarse a temperatura ambiente.

2.4.2 Hidrólisis ácida

La reacción con agua en medio ácido genera el glicerol y los ácidos grasos correspondientes. Puede llevarse a cabo con ácido sulfúrico diluido y vapor, con un emulgente^b que asegura el contacto de las dos fases:

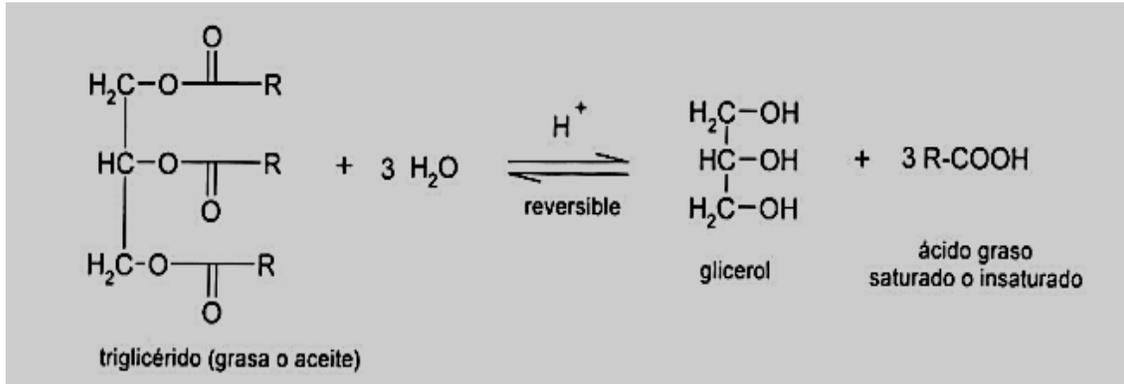


Figura 14. Hidrólisis ácida de grasas y aceites.

Tiene la ventaja sobre la hidrólisis alcalina de que los ácidos libres precipitan directamente y pueden elaborarse sin más, como tales. La reacción libera una mezcla de ácidos carboxílicos. En los últimos años se ha desarrollado la destilación fraccionada comercial de estas mezclas para suministrar ácidos carboxílicos individuales de una pureza superior al 90%.

2.5 Principales reacciones de los ácidos grasos

Se dan en el grupo carboxilo y en la cadena carbonatada del ácido graso cuando existen uno o más dobles enlaces. En el grupo carboxilo (-COOH) se presentan dos reacciones principales, la esterificación y la saponificación. En la cadena hidrocarbonatada se da la oxidación y la hidrogenación. Otro tipo de reacciones en las que pueden verse involucrados los ácidos grasos insaturados son las reacciones de autooxidación o enrarecimiento; en éstas reaccionan los dobles enlaces con las moléculas de oxígeno dando lugar a peróxidos industriales.

^b Aditivo que tienen como fin mantener la dispersión uniforme entre dos o más fases no miscibles.

Existen diversos métodos para tratar y modificar las sustancias grasas, algunos de los cuales se citan brevemente a continuación.

La esterificación de los ácidos grasos presenta importancia industrial, entre otras cosas, para la producción de esteres parciales de alcoholes polivalentes.

El intercambio de esteres o trans-esterificación, se utiliza para redistribuir los radicales de ácidos grasos de ciertos glicéridos, con objeto de adaptar sus propiedades físicas a determinados usos industriales.

La oxidación de los ácidos grasos no saturados puede conducir a la producción de hidroxiacidos o a rotura de la cadena, con formación de ácidos mono o dicarboxílicos, de bajo peso molecular.

La epoxidación de los ácidos no saturados ha adquirido, recientemente, importancia industrial; así, el aceite de soya epoxidado se produce actualmente en gran escala como plastificante para resinas.

La sulfatación de aceite de ricino y otros aceites, han sido realizados desde hace mucho tiempo. Para la producción de detergentes modernos se utiliza tanto alcoholes grasos, como mono-glicéridos sulfatados. Los alcoholes grasos utilizados para ser sulfatados se obtienen en gran cantidad a partir de aceites y grasas, por reducción catalítica, a alta temperatura o por reducción con sodio metálico y alcoholes de cadena corta.

2.5.1 Esterificación de ácidos grasos

Dada la importancia de los ésteres, se han desarrollado muchos procesos para obtenerlos. El más común es el calentamiento de una mezcla del alcohol y de un ácido graso, a veces en presencia de cantidades catalíticas de ácido sulfúrico, utilizando el reactivo en exceso para aumentar el rendimiento de la reacción.

En forma general, el ácido graso se une a un alcohol mediante enlace covalente formando un éster y liberando una molécula de agua.

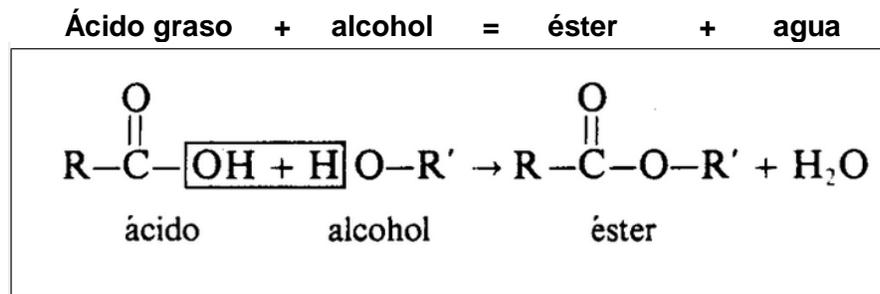


Figura 15. Esterificación de ácidos grasos.

La reacción inversa a la esterificación es la saponificación.

2.5.2 Saponificación de ácidos grasos

Es una reacción química entre un ácido graso, o un lípido saponificable portador de residuos de ácidos grasos, con una base o álcali, en la que se obtiene como principal producto la sal del ácido y agua. Los jabones son sales de ácidos grasos y metales alcalinos que se obtienen en este proceso.

La reacción general de saponificación es la siguiente:



Figura 16. Ejemplo de la reacción de saponificación.

El método de saponificación en el aspecto industrial consiste en hervir la grasa en grandes calderas, añadiendo lentamente sosa cáustica (NaOH), agitándose continuamente la mezcla hasta que comienza a ponerse pastosa y se termina separando el jabón formado de los demás productos de la reacción.

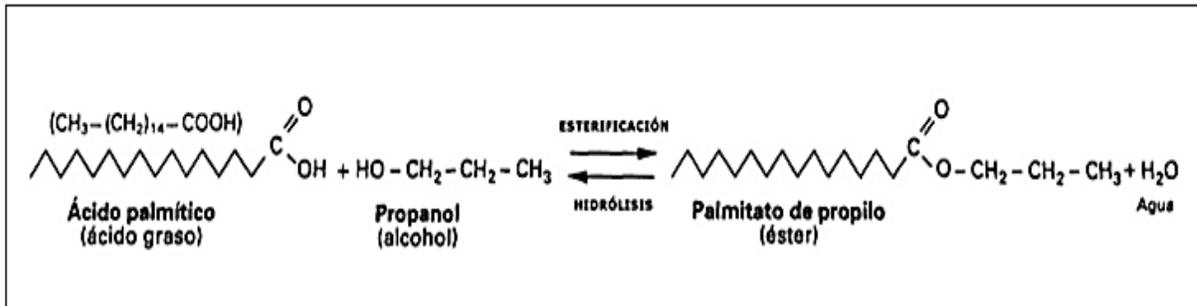


Figura 17. Ejemplo de las reacciones de saponificación y esterificación.

2.5.3 Autooxidación o enranciamiento de ácidos grasos insaturados

Esta reacción ocurre entre los carbonos con dobles enlaces y las moléculas de oxígeno. Al reaccionar los dobles enlaces con el oxígeno, éstos se rompen y la molécula de ácido graso se divide formando aldehídos. Este proceso se no produce en los seres vivos porque la vitamina E lo impide.

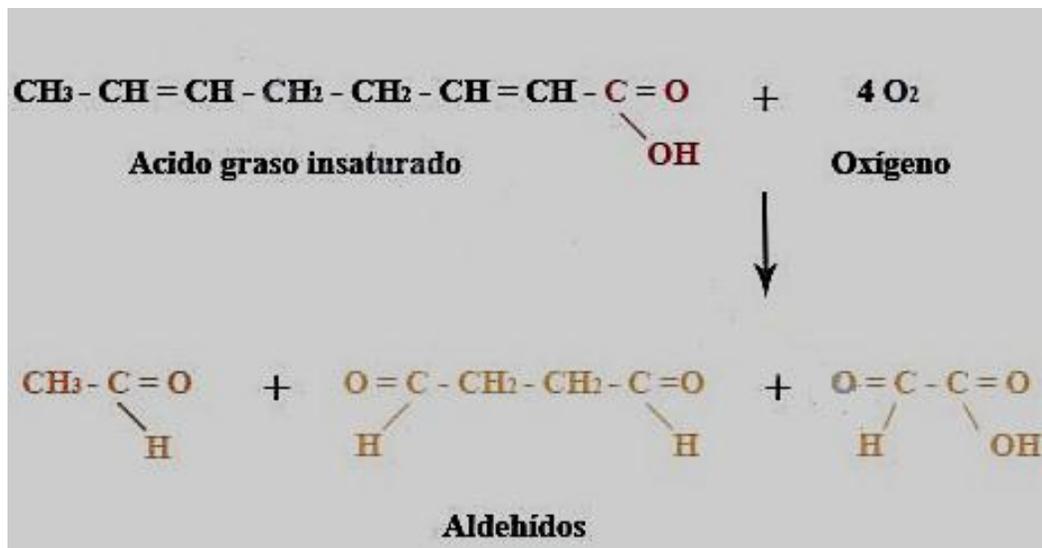


Figura 18. Enranciamiento de los ácidos grasos.

2.5.4 Hidrogenación

Los ácidos grasos insaturados pueden ser hidrogenados, convirtiéndose total o parcialmente, en saturados. Esta es la forma industrial que se producen las margarinas.

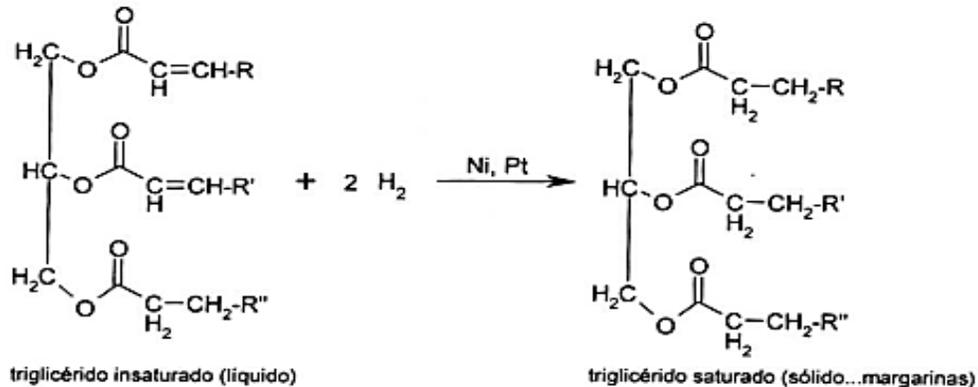


Figura 19. Hidrogenación de ácidos grasos y triglicéridos.

2.5.5 Sulfatación

Los ácidos no saturados reaccionan fácilmente con el sulfúrico concentrado produciéndose la introducción del grupo sulfato $-\text{OSO}_2\text{OH}$, o sulfonato $-\text{SO}_2\text{OH}$ en el enlace doble. Esta reacción, seguida de la neutralización del éster sulfúrico resultante, con carbonato sódico, se efectúa comercialmente a gran escala, en la preparación de los aceites sulfonados para la industria textil, etc.

2.6 Procesamiento de los ácidos grasos

¹³La purificación de los aceites y grasas crudos, que se lleva a cabo por diversos métodos, tiene como objetivo la eliminación de las materias extrañas a los glicéridos neutros, tales como humedad, ácidos grasos libres y materias colorantes y odorantes, que están en suspensión, dispersión o disolución. En algunos casos sólo se llevan a la práctica una o dos fases de purificación; en otros, por ejemplo en la producción de aceites comestibles, se aplican todas las etapas de purificación.

La eliminación de partículas finas dispersas en estado coloidal, comprende la eliminación de harinas e hidratos de carbono, así como de agua. La separación se consigue por medio de decantación, gravedad o por centrifugación; con frecuencia, después de calentar las sustancias grasas a la temperatura adecuada.

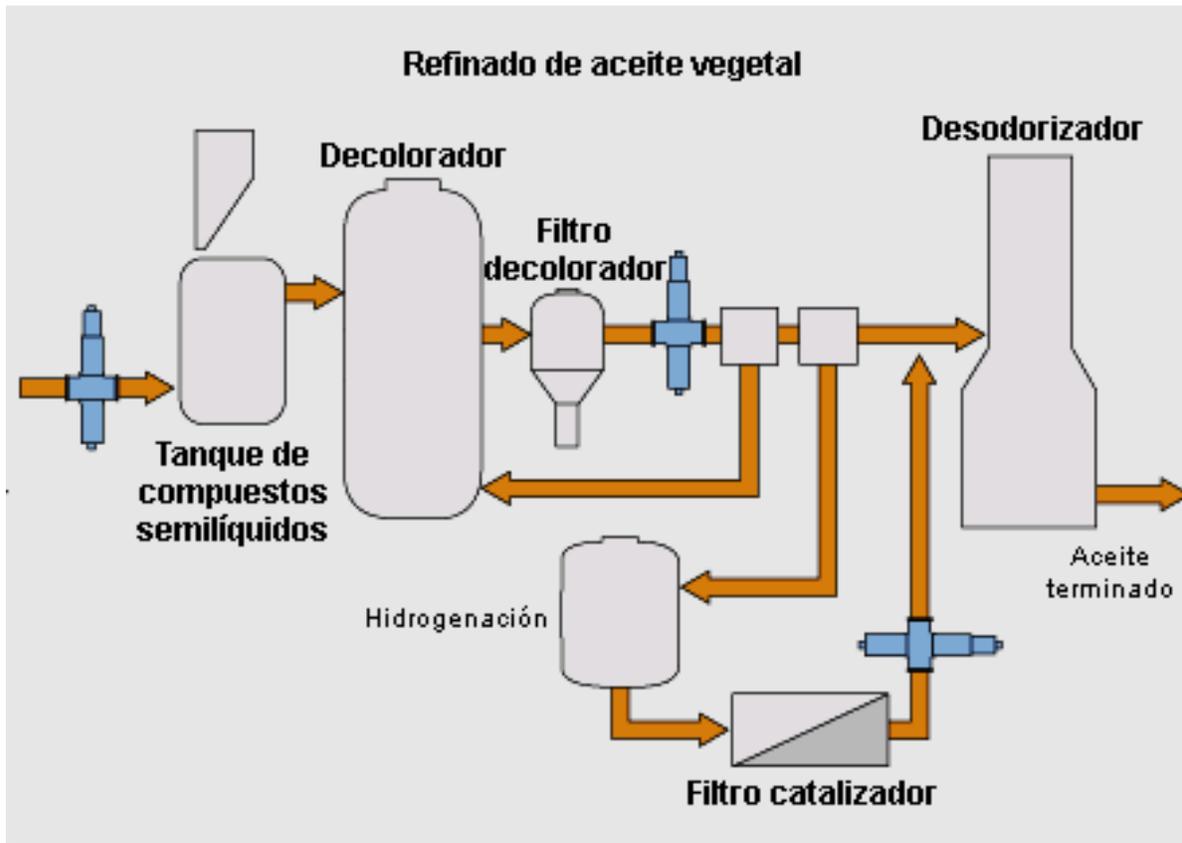


Figura 20. Refinamiento de un aceite vegetal crudo.

2.6.1 Neutralización

La separación de los ácidos grasos libres se consigue por adición de una disolución de hidróxido o carbonato sódico, a la materia grasa relativamente caliente. La fase acuosa del jabón, formada durante el tratamiento, se elimina por decantación o por centrifugación de las pastas jabonosas. Con esto se eliminan numerosas impurezas indeseables de las contenidas en el aceite crudo.

2.6.2 Decoloración y deodorización

Para eliminar las materias colorantes que impurifican los aceites y las grasas, generalmente se utilizan materias adsorbentes; éstas pueden ser tierra de batanero^c, arcillas activadas^d, o carbones vegetales o animales. Los adsorbentes se agregan, sobre el aceite caliente, en estado finamente pulverizado, y procurando una suficiente agitación, preferentemente en ausencia de aire.

Para separar las tierras utilizadas, de la materia grasa blanqueada, el conjunto se conduce mediante una bomba o por la presión de aire o vapor, a un filtro-prensa. Las grasas de uso industrial, en ocasiones se decoloran por métodos químicos, tales como la oxidación o reducción. Los adsorbentes extraen en parte, las materias malolientes que acompañan a los aceites o grasas que se tratan; sin embargo esta deodorización difícilmente alcanza un grado satisfactorio. Por esto, ha sido preciso construir equipos de deodorización capaces de eliminar los componentes volátiles, que son los que dan los olores indeseables a los aceites y grasas; este objetivo se consigue haciendo que la masa de éstos sea atravesada por una corriente de vapor sobrecalentado, estando el ambiente a un vacío relativamente elevado.

Un desodorizador consiste fundamentalmente en un tanque dividido en varias secciones: el aceite entra por la parte superior, donde es desairado a la temperatura de 150-160° C, estando a una presión absoluta de 6 mm Hg; de este compartimiento el aceite fluye al plato inferior inmediato, donde se calienta hasta 238-255°C, de ahí pasa a la siguiente sección donde se inicia la deodorización. En este compartimiento se tienen dispuestas una serie de bandejas por donde el aceite circula, a contracorriente, con vapor de agua; esta sección se mantiene a una presión de 6 mm Hg. A continuación, el aceite pasa al otro plato donde se adicionan ciertos agentes que previenen su reversión^e.

^c Tierra de batanero es un agregado de arcilla, de aspecto terroso, blando, de grano fino, compuesto principalmente de esmectita hinchable del tipo montmorillonita. Es muy absorbente y tradicionalmente se ha empleado para desengrasar la lana o clarificar aceites.

^d Las arcillas activadas se conocen como “arcillas Fuller” y son utilizadas como agentes decolorantes empleados en la clarificación de aceites. Se utilizan también como arcillas absorbentes en aceites.

^e Restitución o retorno del aceite al estado original. Ayuda a que la deodorización se lleve a cabo totalmente.

Como punto final de la deodorización, el aceite es conducido al plato inferior, en el que está dispuesta otra serie de bandejas, en las que sufre un nuevo borbotado de vapor. El aceite desodorizado se enfría y se filtra, luego se conduce a los tanques de almacenamiento.

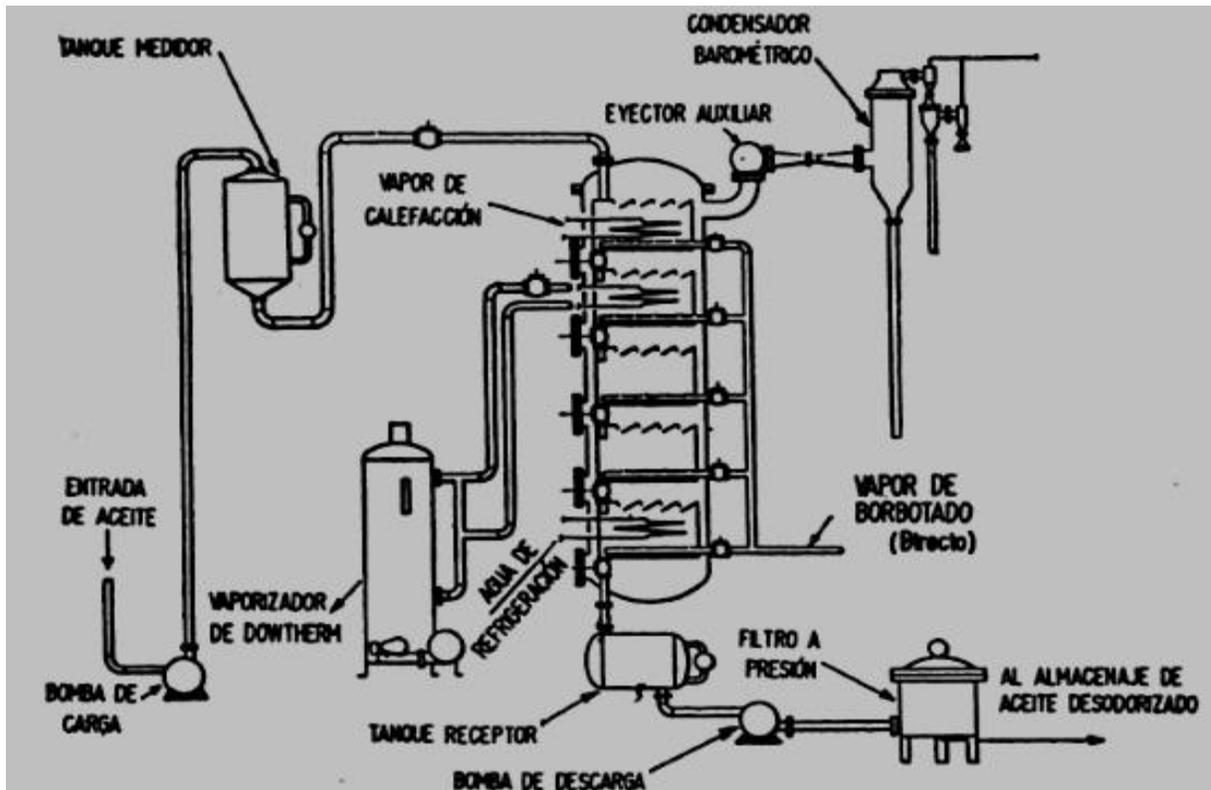


Figura 21. Equipo desodorizador continuo.

2.6.3 Winterización o hibernación

En ocasiones los aceites se someten a winterización con el objeto de eliminarles los triglicéridos saturados. Algunos aceites tales como el aceite de algodón que son líquidos y completamente transparentes en verano, pero a temperaturas de invierno se transforman en una masa de apariencia lechosa y desagradable a la vista, debido a la insolubilización y precipitación de los triglicéridos saturados, son sometidos a esta técnica.

Los aceites se refrigeran en tanques adecuados para eliminar los triglicéridos sólidos, cuando se preparan aceites comestibles y algunos aceites lubricantes. Después de mantenerlos de 24 a 36 horas a una temperatura de 5 a 7°C, los triglicéridos cristalizados se separan de los líquidos, mediante un filtro-prensa dispuesto en una sala mantenida a baja temperatura.

2.7 Aplicaciones de los ácidos grasos

Los ácidos grasos se utilizan para la elaboración de productos de interés industrial, por lo que son procesados a través de las diferentes vías como la saponificación, esterificación y sulfatación para dar origen a nuevos productos. Un ejemplo de ello es la obtención de los tensoactivos aniónicos, de elevado valor comercial, que son empleados en las industrias cosméticas, de alimentos y productos farmacéuticos.

El uso que tienen los ácidos grasos depende de las características de su estructura química y las propiedades que ésta le brinda a cada uno. La tabla 7 muestra en resumen la diversidad de aplicaciones que tienen en la industria.

Las grasas con alto contenido de ácidos grasos insaturados tienen su punto de fusión más bajo que los equivalentes completamente saturados. Por eso, en la fabricación de la margarina o algunas grasas para freír se saturan los dobles enlaces por hidrogenación con hidrógeno elemental en presencia de un catalizador de paladio o níquel, obteniéndose así un producto con mejor resistencia térmica.

El ácido esteárico se emplea para combinar con mayor facilidad el caucho o hule con otras sustancias, como pigmentos u otros materiales que controlen la flexibilidad de los productos; también se usa en la polimerización de estireno y butadieno para hacer caucho artificial.

Algunos ácidos grasos se usan como agentes emulsificantes en la fabricación de detergentes biodegradables, lubricantes y espesantes para pinturas.

Entre los nuevos usos de los ácidos grasos se encuentran la flotación de menas y la fabricación de desinfectantes, secadores de barniz y estabilizadores para madera y metales, y en los automóviles en los filtros de aire hasta la tapicería.

Tabla 7. Aplicaciones industriales de los ácidos grasos.

<i>Aplicación</i>	$C_{22}^=$	$C_{22}^= - C_{20}^=$	C_{18}	$C_{18}^=$	C_{16}	C_{14}	C_{12}	C_{10}	C_8
Jabones y tensoactivos			X	X	X	X	X		
Cosméticos. Productos farmacéuticos			X	X	X	X	X	X	X
Productos textiles (suavizantes y tensoactivos)		X	X		X	X			
Pinturas y barnices		X	X	X	X			X	X
Caucho			X	X		X		X	X
Velas y ceras	X		X	X					
Desinfectantes e insecticidas				X				X	X
Plásticos (resinas alquídicas)		X	X	X			X	X	X
Papelería			X	X					
Lubricantes			X	X					
Emulgentes, agentes de flotación		X	X	X	X		X	X	X

CAPÍTULO III.

TENSOACTIVOS O AGENTES DE TENSION SUPERFICIAL

La formación de agentes tensoactivos es una de las posibles aplicaciones que tienen los ácidos grasos, en especial la obtención de tensoactivos no-iónicos. La reacción se basa en la saponificación, explicada en el capítulo 2.5.2, aunque también existen otras vías de obtención de agentes tensoactivos, que son utilizadas para darle propiedades específicas con cada una de ellas.

En este trabajo se eligió la saponificación de los ácidos grasos, obtenidos vía hidrólisis ácida, para demostrar que es un método viable para obtener tensoactivos no-iónicos y representa una de las aplicaciones se les da industrialmente, además de mostrar las ventajas que representa esta reacción.

3.1 Generalidades

Implementado en 1950, el término tensoactivo ha llegado a ser de aceptación universal para describir las sustancias orgánicas con características, consideradas especiales, en estructura y propiedades. El término detergente se utiliza a menudo en vez de tensoactivo. Se usa para designar una sustancia capaz de limpiar, aunque el término detergente también abarca a las sustancias inorgánicas que se utilizan para algún trabajo de limpieza. Con frecuencia el término detergente se refiere a una combinación de tensoactivos con otras sustancias, orgánicas o inorgánicas, en formulación que incrementa la eficacia, en limpieza específicamente, superando al tensoactivo aislado.

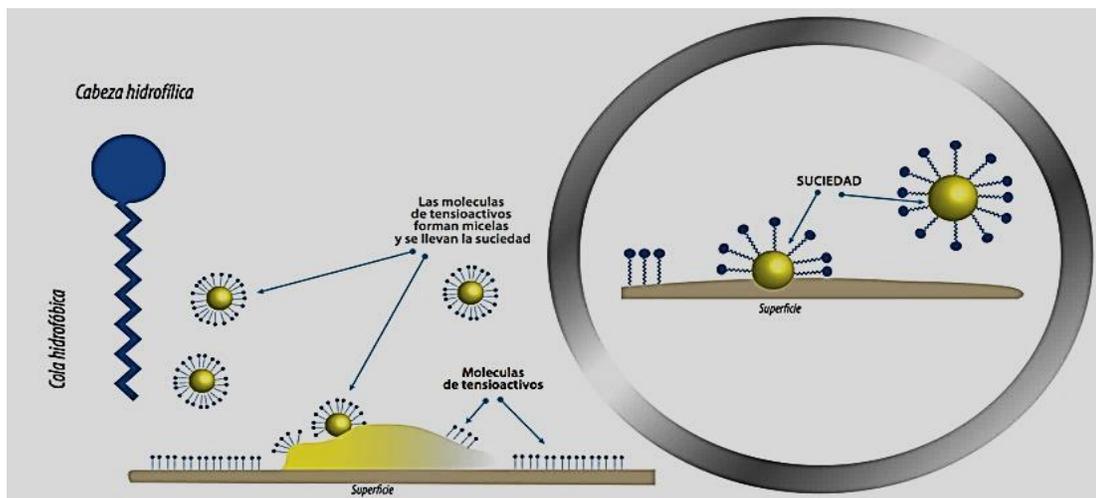


Figura 22. Efecto de los tensoactivos con la suciedad.

Los tensoactivos se caracterizaran por las siguientes propiedades:

Estructura anfipática. Las moléculas de tensoactivo se componen de grupos con tendencias opuestas en solubilidad, típicamente es una cadena hidrocarbonada soluble en aceite y un grupo polar o iónico soluble en agua. Un tensoactivo es soluble cuando menos en una fase de un sistema líquido.

Adsorción en las interfaces. En el equilibrio, la concentración de un soluto tensoactivo en una interface es superior a su concentración en el interior de la solución.

Orientación en las interfaces. Las moléculas e iones del tensoactivo forman capas mono moleculares orientadas en las interfaces.

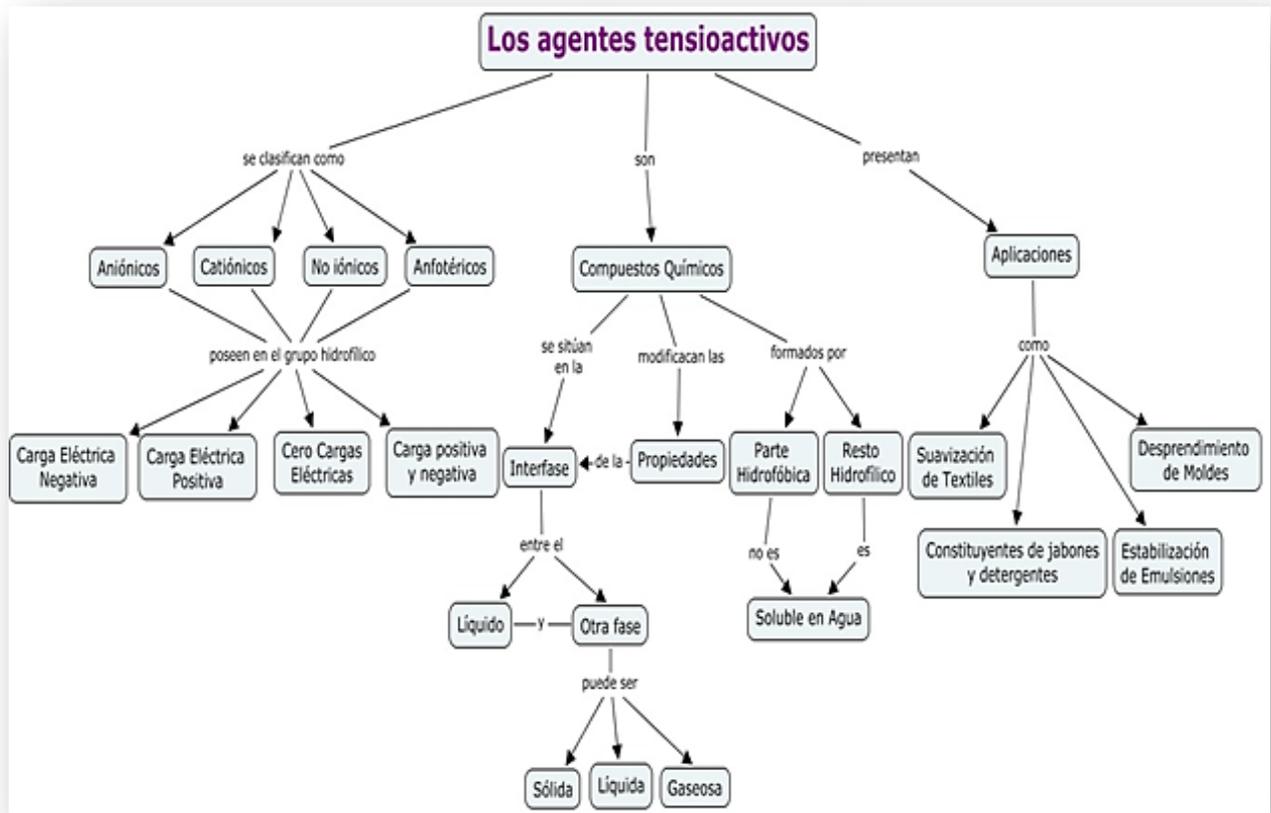
Formación de micelas. Los tensoactivos forman agregados de moléculas o iones llamados micelas cuando la concentración de soluto tensoactivo en el interior de la solución excede a un valor límite, ésta se conoce como concentración micelar crítica, que es una característica fundamental de cada sistema soluto-disolvente.

Propiedades funcionales. Las soluciones de tensoactivos presentan combinaciones de propiedades relacionadas con limpieza (detergencia), formación de espuma, humectación, emulsificación, solubilización y dispersión.

3.2 Clasificación de los tensoactivos

⁸Su clasificación se fundamenta en la carga de la especie tensoactiva, que casi siempre es la parte más grande de la molécula. En los surfactantes aniónicos, esta especie transporta una carga negativa. En los tensoactivos catiónicos, la carga es positiva. En los tensoactivos no iónicos no hay carga en la molécula. Finalmente, en los surfactantes anfotéricos, la solubilización está dada por la presencia de cargas positivas y negativas en la molécula, ver diagrama 4.

Diagrama 4. Clasificación y características de los agentes tensoactivos.



En general, los grupos hidrofóbicos están compuestos por una cadena hidrocarbonada que contiene aproximadamente de 10 a 20 átomos de carbono. La cadena puede interrumpirse por átomos de oxígeno, un anillo bencénico, dobles enlaces y grupos funcionales amida, ésteres u otros. Una parte hidrófoba de óxido de propileno puede considerarse como una cadena hidrocarbonada en la que cada tercer grupo metileno se sustituye por un átomo de oxígeno. En algunos casos, la cadena puede llevar sustituyentes, con frecuencia halógenos. Las cadenas de siloxano también sirven como hidrófobo en algunos tensoactivos que se han producido recientemente.

En la aplicación de los tensoactivos es muy importante especificar en forma precisa las propiedades físicas y el uso más que la homogeneidad.

Algunos ejemplos de las moléculas tensoactivas son las siguientes:

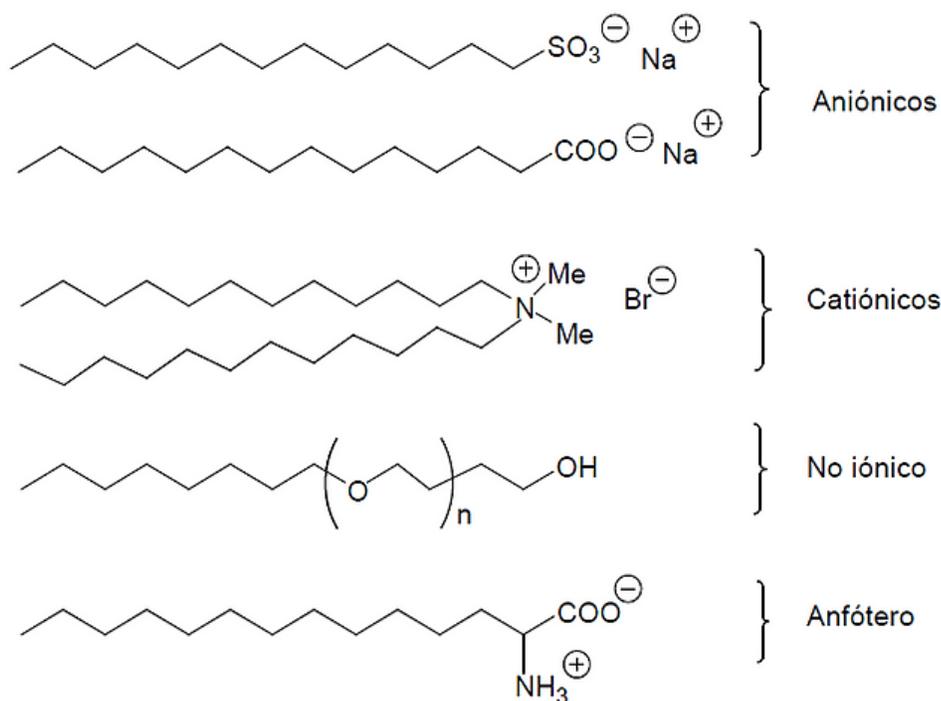


Figura 23. Ejemplo de las estructuras químicas de los tensoactivos.

3.2.1 Tensoactivos aniónicos

En solución se ionizan, pero considerando el comportamiento de sus grupos en solución, el grupo hidrófobo queda cargado negativamente. Están constituidos por una cadena alquílica lineal o ramificada que va de 10 a 14 átomos de carbono, y en el extremo polar de la molécula se encuentra un anión. Representantes de este grupo son derivados del ion sulfato o sulfonatos como es el dodecil sulfato de sodio o dodecil bencen sulfonato de sodio:

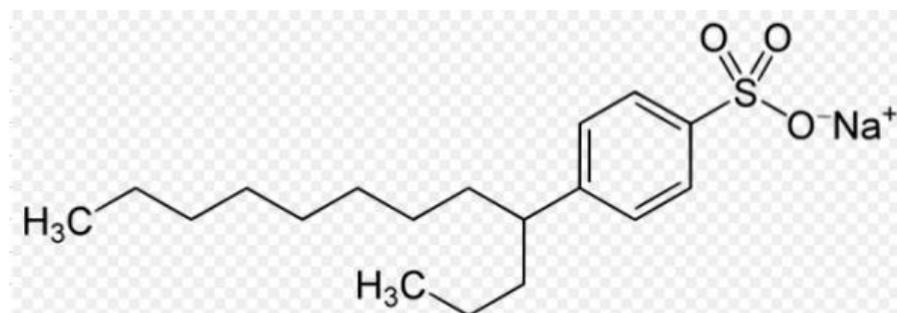


Figura 24. Dodecil bencen sulfato de sodio.

A este grupo pertenecen los tensoactivos de mayor producción: detergentes como alquilbenceno sulfonatos, jabones o sales de ácidos carboxílicos grasos, espumantes como el lauril éster sulfato, etc.

3.2.2 Tensoactivos catiónicos

Son aquellos que en solución forman iones, resultando cargado positivamente el grupo hidrófobo de la molécula. Como representante de este grupo se encuentra el bromuro de cetil amonio; en general, son compuestos cuaternarios de amonio o una amina grasa en medio ácido:

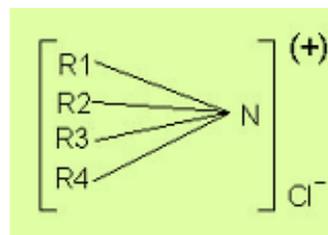


Figura 25. Amina grasa en medio ácido.

En el catión, el radical R, representa la cadena larga (grupos alquílicos o arílicos); los otros radicales pueden estar reemplazados por átomos de hidrógeno u otros radicales alquílicos. Como ejemplos podemos citar: cloruro de alquil dimetilbencilamonio, cloruro de cetil trietil amonio.

La mayoría de los agentes tensoactivos catiónicos están constituidos por una cadena larga de sales de amonio cuaternarias o sales de alquilaminas. La cadena larga constituye el grupo hidrofóbico, en tanto que el hidrofílico pequeño y altamente ionizado, lo constituye el nitrógeno tetravalente en forma de sales de amonio cuaternario. Estos tensoactivos son de menos interés que los agentes aniónicos y no iónicos pero reside su importancia por su eficiencia bactericida, germicida, alguicida, etc.

Los tensoactivos catiónicos se utilizan mucho en sistemas ácidos acuosos y no acuosos como suavizantes textiles, dispersantes, emulsificantes, agentes humectantes, desinfectantes, agentes fijadores de colorantes, estabilizadores de espuma y anticorrosivos.

3.2.3 Tensoactivos anfóteros

Como su nombre lo indica, actúan dependiendo del medio en que se encuentren, en medio básico son aniónicos y en medio ácido son catiónicos. La fórmula es la siguiente: alquil dimetil betaína.

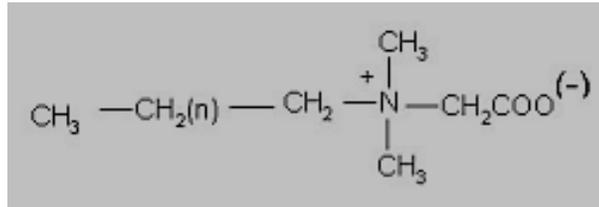


Figura 26. Alquil dimetil betaína.

Los tensoactivos anfotéricos en general se consideran especiales debido a que no irritan la piel ni los ojos; presentan buenas propiedades tensoactivas en un intervalo amplio de pH y son compatibles con los aniónicos y catiónicos.

Los derivados de imidazolinio se recomiendan como detergentes, emulsionantes acondicionadores para el cabello y humectantes, agentes espumantes, suavizantes de telas y antiestáticos. Existe poca evidencia acerca de que en las formulaciones cosméticas ciertos derivados de imidazolinio reducen la irritación en los ojos causada por los surfactantes de sulfato y sulfonato presentes en estos productos.

3.2.4 Tensoactivos no-iónicos

Son aquellos que sin ionizarse, se solubilizan mediante un efecto combinado de un cierto número de grupos solubilizantes débiles (hidrófilos) tales como enlace tipo éter o grupos hidroxilos en su molécula. Como representantes están los alcoholes grasos o fenoles a los que se les agregan una o varias moléculas de óxido de etileno; ejemplo de ellos es el nonil fenol etoxilado o el nonanol etoxilado. La fórmula del laurato de sorbitán:

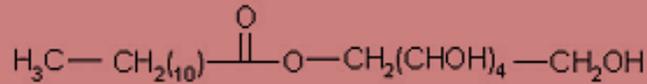


Figura 27. Laurato de sorbitán.

. Los tensoactivos no-iónicos tienen la ventaja de que son estables con la mayoría de los productos químicos en las concentraciones usuales de empleo. Al no ionizarse en agua, no forman sales con los iones metálicos y son igualmente efectivos en aguas blandas y duras. Su naturaleza química los hace compatible con otros tensoactivos aniónicos, catiónicos y coloides cargados positiva y negativamente. Estas características los hace valiosos como materia prima para la formación de diversos productos industriales como:

- Agricultura: concentrados emulsionables y polvos mojables.
- Látex: emulsionantes primarios y coemulsionantes.
- Curtido: desengrase, teñido, engrasado.
- Textiles: mercerizado, blanqueado, teñido.
- Procesos de metales: limpiadores alcalinos.
- Pinturas en emulsión: humectación y dispersión de pigmentos.
- Petróleo: tratamiento de pozos de gas, aditivos para lodos de perforación.
- Pulpa y papel: lavados de pulpa, desentintado de papel, humectantes y suavizantes.
- Química: intercambio de síntesis de otros tensoactivos aniónicos y catiónicos.
- Limpiadores en general: limpiadores de pisos, detergentes de lavandería combinados en pequeña proporción con los tensoactivos aniónicos.

3.3 Composición de un detergente comercial

Las sustancias tensoactivas aniónicas, sulfatos de alcoholes grasos, reemplazaron, a fines de la segunda guerra mundial a los jabones utilizados para lavado de textiles.

Los tensoactivos forman parte de un 40% del total de la composición de la formulación, el resto contiene otras sustancias que favorecen su eficacia. Los agentes deteritivos aniónicos adicionándoles sosa y tripolifosfatos, mejoran la calidad de estos detergentes aunque retardan la biodegradabilidad de los mismos.

La adición de silicatos mejora el efecto de lavado y tienen propiedades anticorrosivas. La adición de carboximetilcelulosa mejora el poder de eliminación de la suciedad. Los blanqueadores ópticos aumentan el grado de blancura ya que transforman a la luz ultravioleta de longitud de onda corta invisible, en luz de longitud de onda larga (fluorescencia). La adición de enzimas como proteasas es conveniente ya que rompe las cadenas proteicas de las manchas de sangre, en este caso, el agua debe de calentarse a 40°C para que actúen las enzimas y después reacciona el tensoactivo.

A medida que un tensoactivo aumenta su cadena hidrocarbonada, su poder quita-grasa es mayor, aunque su solubilidad se hace menor. Los tensoactivos no-iónicos son muy buenos disolventes de la grasa.

Los detergentes sin espuma (para lavadoras) contienen de un 10 a 20% de agente no-iónico el cual es un antiespumante.

Para los shampoos la composición es diferente, se toma a un detergente suave que no sea ácido, lauril sulfato de sodio (de 14 a 20%) de dietanolamina (4%) como estabilizador de espuma, agentes secuestrantes y agentes colorantes (0.004%) perfume (0.5%) y agua destilada (55.3%).

Para un buen lavado hay factores a considerar como: la composición de la suciedad, el tipo de textil, o superficie a lavar, el pH, la temperatura, la duración del ciclo de lavado y la importancia de los efectos mecánicos.

El poder deteritivo en un tensoactivo, está condicionado por su formulación: a partir de 12 a 14 átomos de carbono para una cadena alifática resulta ser un buen detergente y se vuelve más eficaz a temperatura elevada.

CAPÍTULO IV.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

El trabajo experimental se dividió en dos partes: la primera fue la obtención de ácidos grasos vía hidrólisis ácida; la segunda y no menos importante, a manera de demostración de las aplicaciones que tienen los ácidos grasos, se obtuvieron tensoactivos no-iónicos, vía saponificación.

Las materias primas fueron los aceites vegetales de coco, soya y canola, los cuales fueron analizados cualitativa y cuantitativamente para determinar los índices de saponificación, acidez, refracción, yodo, peso molecular y densidad. Estas determinaciones se realizaron tanto a los aceites vegetales como a los ácidos grasos obtenidos para poder compararlos entre sí. La experimentación se realizó por igual a los aceites vegetales de coco, canola y soya.

4.1 Material y equipo

- Agitador de vidrio
- Balanza granataria
- Embudo de separación
- Papel filtro tipo filtración rápida
- Parrilla de calentamiento
- Rejilla de asbesto
- Termómetro 0-50 °C
- Tripié
- Vaso de precipitados de 500 mL y 250 mL

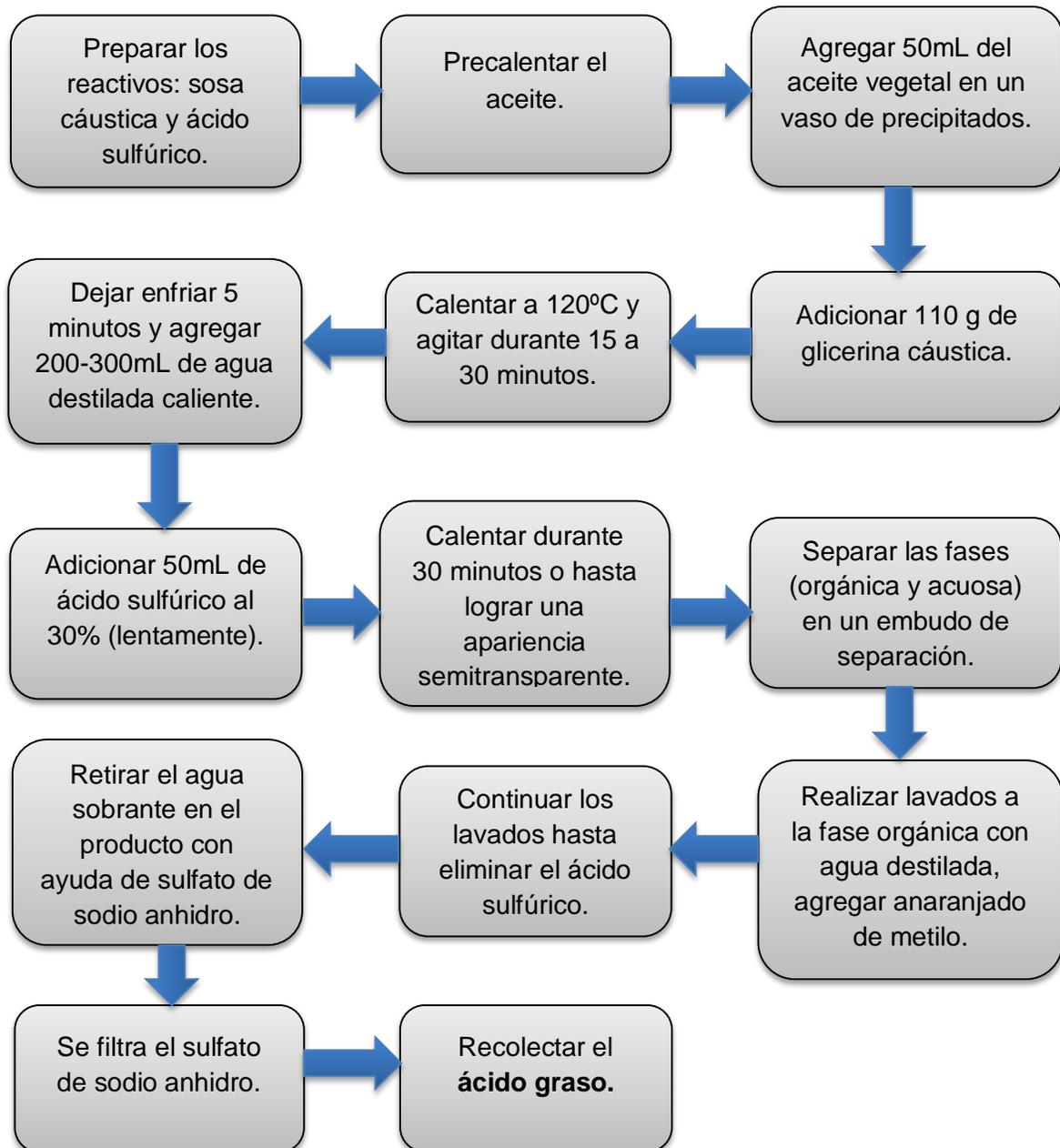
4.2 Reactivos

Los reactivos que se utilizaron en la obtención de ácidos grasos fueron: glicerina cáustica, ácido sulfúrico al 30% y sulfato de sodio anhidro. Para la obtención de tensoactivos se utilizaron 3 bases: trietanolamida, hidróxido de potasio puro e hidróxido de potasio al 50%.

4.3 Experimentación

La primera parte de se basó en la reacción de hidrólisis ácida para la obtención de los ácidos grasos de los aceites vegetales de coco, soya y canola. El procedimiento que se siguió fue similar en todos los aceites vegetales.

4.3.1 Diagrama de bloques de la obtención de ácidos grasos



4.3.2 Obtención de ácidos grasos:

1.- Tomar 50 mL del aceite vegetal y adicionar en un vaso de precipitados. Agregar 110 gramos de sosa cáustica caliente con agitación.



Figura 28. Adición del aceite vegetal a la glicerina cáustica caliente.

2.- Mantener agitación y la temperatura de 120°C durante 20 minutos.

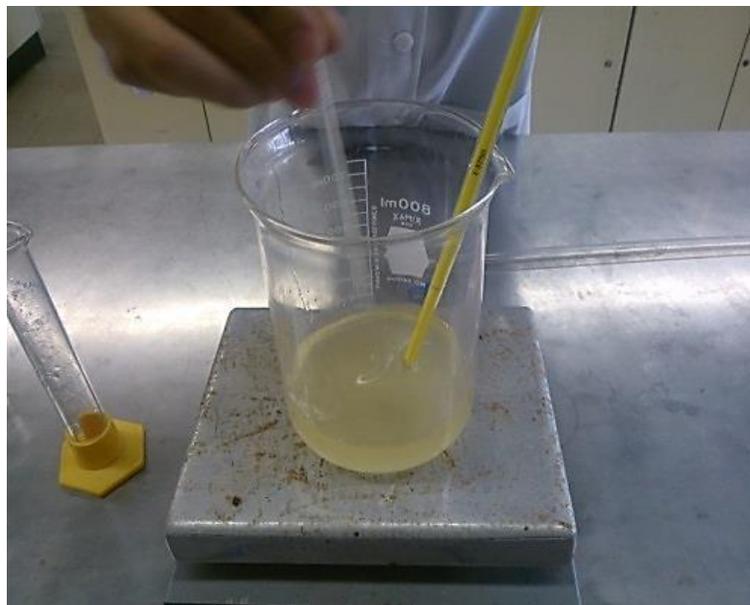


Figura 29. Calentamiento de la glicerina cáustica y el aceite de coco a 120°C.

3.- Dejar enfriar ligeramente la mezcla y adicionar 200-300mL de agua destilada caliente 70-80°C. Se inicia la hidrólisis ácida en la mezcla. Continuar con la agitación vigorosa hasta eliminar el jabón formado.



Figura 30. Adición de agua destilada caliente hasta formar el jabón (Hidrólisis).

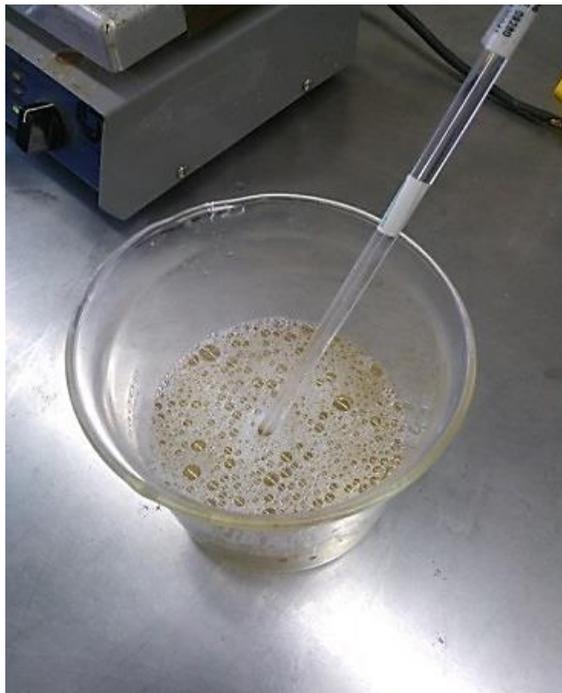


Figura 31. Formación de jabón (espuma).

4.- Adicionar 50 mL de ácido sulfúrico al 30% con cuidado, mantener la agitación y la temperatura de 120°C por 15 minutos más hasta que se forman dos capas semitransparentes. Esta etapa sirve para separar las dos fases.

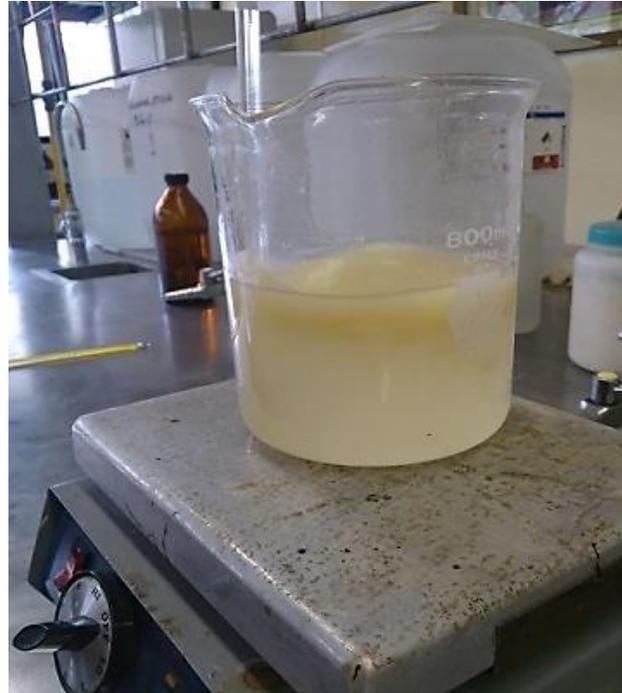


Figura 32. Adición de ácido sulfúrico al 30%.



Figura 33. Primera etapa de separación de fases.



Figura 34. Segunda etapa de separación de fases.



Figura 35. Separación total de fases.

5.- Desechar la capa acuosa que contiene el ácido sulfúrico usando un embudo de separación. Agregar anaranjado de metilo como indicador de la existencia de ácido sulfúrico. Realizar los lavados con más agua destilada caliente.

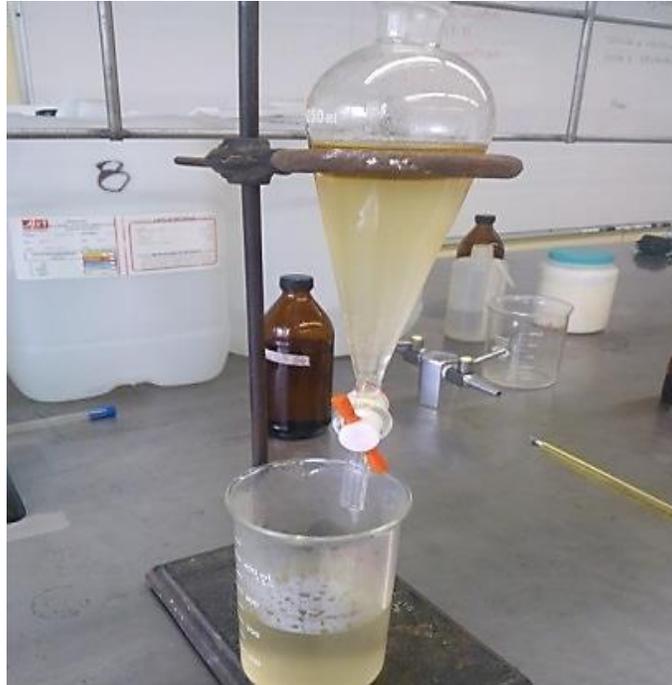


Figura 36. Eliminación de la capa acuosa.



Figura 37. Lavados con agua destilada caliente.

6.- Adicionar sulfato de sodio anhidro para eliminar la humedad que aún contiene el ácido graso. Filtrar el ácido graso obtenido.



Figura 38. Recolección del ácido graso

7.- Recolectar y almacenar el ácido graso en un frasco color ámbar para conservar sus propiedades y evitar la descomposición del producto. Este mismo procedimiento se repite para cada uno de los aceites vegetales.



Figura 39. Ácidos grasos que se obtienen de los aceites vegetales de soya, canola y coco.

Una vez que se obtuvieron los ácidos grasos de cada aceite vegetal, fueron analizados cualitativa y cuantitativamente para determinar algunos parámetros fundamentales para la siguiente etapa de la experimentación. Tales parámetros son: el índice de acidez, refracción, yodo, peso molecular, ácidos grasos libres y el que más interesa para la siguiente etapa, el índice de saponificación. A continuación se menciona la metodología seguida en las determinaciones antes dichas.

4.3.3 Análisis de las propiedades fisicoquímicas de los aceites vegetales y ácidos grasos obtenidos

Los análisis de las propiedades fisicoquímicas que se deben realizar a los ácidos grasos son los mismos a los que son sometidos los aceites y sustancias grasas, debido a que tienen características similares y provienen de la misma estructura.

Los principales análisis y parámetros que son determinados para estas sustancias grasas son:

- a) Índice de saponificación.
- b) Índice de yodo.
- c) Índice de refracción.
- d) Índice de acidez.
- e) Peso molecular
- f) Densidad

Por lo tanto se determinaron dichos parámetros a los aceites vegetales iniciales de coco, soya, canola y a los ácidos grasos obtenidos en la experimentación. Los resultados se encuentran en la tabla 8 para aceites vegetales y en la tabla 9 para ácidos grasos. A continuación se menciona la metodología para determinar estos parámetros.

4.3.3.1 Determinación del índice de saponificación. Método estándar para aceites

MATERIAL Y EQUIPO

- Refrigerantes
- Bureta
- Pipeta volumétrica
- Baño María
- Matraces Erlenmeyer
- Material metálico

REACTIVOS

- Hidróxido de potasio alcohólico $\pm 0.5N$
- Ácido clorhídrico 0.5N
- Fenolftaleína al 0.5%

DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Pesar 2 a 3 g de muestra de aceite en un matraz Erlenmeyer de 250 o 300 mL utilizando la balanza granataria.
2. Agregar 50 mL de solución de hidróxido de potasio alcohólica $\pm 0.5N$ medidos con bureta o pipeta volumétrica.



Figura 40. Solución de hidróxido de potasio con el aceite vegetal para la determinación del índice de saponificación.

3. Adaptar al matraz un refrigerante en forma vertical mediante un tapón de hule para evitar pérdidas. Ver la figura 41.



Figura 41. Montaje del equipo para saponificación.

4. Preparar un testigo (prueba en blanco): No contendrá muestra pero se agregará el mismo volumen de solución alcohólica de potasa y se adaptará un refrigerante en la misma forma.
5. Poner a reflujar los dos matraces con calentamiento suave a baño maría, de 40 a 45 min.
6. Déjese enfriar los matraces y posteriormente enjuagar el refrigerante con pequeñas porciones de agua destilada. Estos lavados deben caer en el matraz donde se saponificó.
7. Separar los matraces y titular el exceso de potasa con solución de HCL valorado en presencia de fenolftaleína, hasta un vire de rosa a un tono amarillo del aceite. En este caso no será el vire característico de la fenolftaleína a incoloro porque no es una sustancia pura.



Figura 42. Solución de hidróxido de potasio y el aceite con la fenolftaleína.



Figura 43. Titulación con HCL valorado.

8. Cálculos:

$$I_s = \frac{(VT - VM)(N)PEq}{m} = \left(\frac{mg \text{ KOH}}{g \text{ aceite}} \right)$$

$$PMaproximado = \frac{56110}{I_s}$$

Donde:

IS = Índice de saponificación.

VT = Volumen de HCL empleado para titular el testigo (mL).

VM = Volumen de HCL empleado para titular la muestra (mL).

N = Normalidad de HCL.

PEq = Peso equivalente del KOH =56.11

m = Peso de muestra (g).

PM = Peso molecular aproximado

4.3.3.2 Determinación del índice de acidez. Método volumétrico para acidez de aceites.

MATERIAL Y EQUIPO

- Bureta
- Pinzas para bureta
- Matraz Erlenmeyer de 250 a 300 mL
- Vasos de precipitados de 250 mL

REACTIVOS

- Hidróxido de sodio 0.01N ó 0.1N
- Etanol o Mezcla de solventes al 50% (alcohol-éter etílico)
- Solución de fenolftaleína al 0.5%

Nota: La solución de hidróxido de sodio conviene manejarla a baja concentración para aquellos aceites que tengan un índice de acidez bajo.

DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Pesar en balanza granataria de 1 a 2 g de muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 ó 300 mL.
2. Disolver la muestra con 50 mL de alcohol etílico u otro solvente o mezcla de solventes según se observe la homogeneidad de la muestra.
3. Titular con solución de NaOH acuosa valorada en presencia de fenolftaleína, hasta un vire de amarillo o color del aceite a ligeramente rosa que persista de 30 a 60 segundos.
4. Cálculos:

$$IA = \frac{V * N * PEqKOH}{m} = \frac{mg KOH}{g aceite}$$

$$AGL = IA \left(\frac{PM ac. oléico}{PEqKOH} \right)$$

Donde:

IA = Índice de acidez.

V = Volumen de NaOH empleados en la titulación (mL).

N = Normalidad de NaOH (mg.eq/mL).

PEq = Peso equivalente de KOH 56.11 (mg/mg.eq).

m = Masa de la muestra (g).

AGL = Ácidos Grasos Libres.

4.3.3.3 Determinación del índice de refracción. Método del refractómetro

MATERIAL Y EQUIPO

- Refractómetro de Abbe
- Vaso de precipitados de 100 o 250 mL
- Agitador de vidrio
- Gotero
- Alcohol etílico u otro solvente

DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Conectar el refractómetro. Abrir el prisma y limpiar con solvente cuidadosamente para no rayar el prisma.



Figura 44. Refractómetro de ABBE.



Figura 45. Limpieza del refractómetro de ABBE con solvente.

2. Colocar en el prisma inferior una gota de aceite con un agitador de vidrio o con un gotero, teniendo cuidado de no golpear los prismas para no dañarlos.



Figura 46. Colocación de la muestra para lectura en el refractómetro ABBE.

3. Cerrar el prisma superior.

4. Enfocar con la luz del refractómetro y ver por la lente las zonas que se forman.
5. Delinear las dos zonas CLARA Y OSCURA mediante la perilla situada al lado derecho del refractómetro.
6. Afinar perfectamente la separación entre la zona clara (parte superior) y la zona oscura con la perilla que está al frente y bajo la lente del refractómetro.
7. Tomar lectura mediante el botón que se encuentra al lado izquierdo del refractómetro. En el lente se podrá observar que al bajar el botón se presenta la escala de índices de refracción, LA LINEA VERTICAL QUE CRUZA LAS LÍNEAS EN CRUZ INDICARÁ EL ÍNDICE DE REFRACCIÓN PARA LA MUESTRA DE ACEITE.

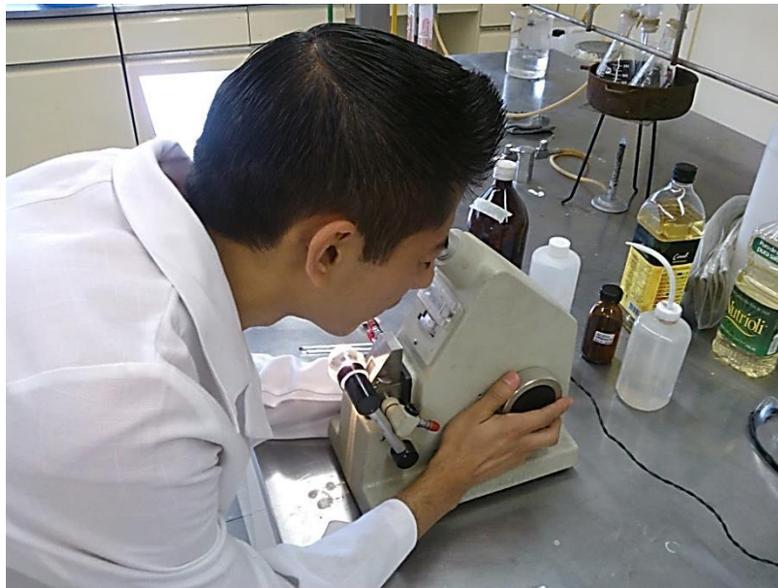


Figura 47. Toma de lecturas de cada muestra de aceite vegetal y ácido graso.

8. Anotar la temperatura a la que se determinó el índice de refracción. El termómetro se encuentra al lado derecho del prisma.
9. Sólo se leerá en la escala SUPERIOR DEL REFRACTÓMETRO. Anotar el valor hasta la cuarta cifra.

4.3.3.4 Determinación del índice de yodo. Método Kaufmann para aceites

MATERIAL Y EQUIPO

- Matraz para índice de yodo
- Bureta
- Pinzas para bureta
- Material de laboratorio de uso com

REACTIVOS

- Tiosulfato de sodio 0.1N
- Cloroformo o tetracloruro de carbono
- Reactivo de Kaufmann
- Yoduro de potasio al 10%
- Almidón al 0.5%

DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Pesar 1 ó 2 gotas de aceite en un matraz para índice de yodo, en balanza analítica.
2. Disolver con 5 mL de cloroformo (o tetracloruro de carbono si no tiene el primero).

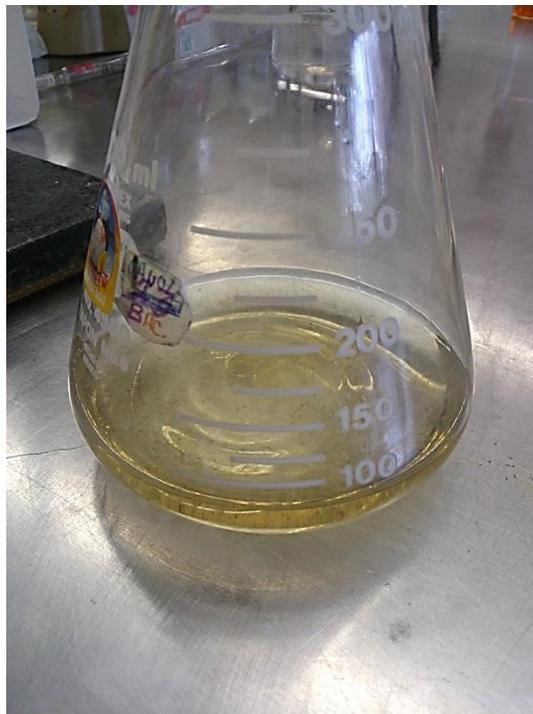


Figura 48. Solución del aceite o ácido graso con tetracloruro de carbono.

3. Correr testigo o muestra en blanco: Colocar en otro matraz para índice de yodo todos los reactivos agregados a la muestra de aceite MENOS el aceite.
4. Agitar fuertemente, destapando con cuidado a intervalos después de cada agitación.
5. Con bureta, agregar el reactivo de Kaufmann hasta tener un color amarillo que persista; teniendo cuidado de agregar la misma cantidad de este reactivo al testigo. Se recomienda para mejores resultados agregar tanto a la muestra como al testigo 5 mL de reactivo de Kaufmann.
6. Tapar el matraz y sobre éste, poner un sello con la solución de KI al 10% \pm 1 mL.



Figura 41. Preparación de las muestras y del testigo para la determinación del índice de yodo.

7. Colocar el matraz en la oscuridad más o menos 30 min, agitando cada 5 min.
8. Destapar el matraz con cuidado, dejando caer el sello dentro del matraz y enjuagar el tapón con agua destilada.
9. Agregar 7 mL más de KI al 10%.
10. Valorar el yodo liberado con tiosulfato de sodio 0.1 N hasta amarillo claro.

11. Agregar 1 mL de solución de almidón al 0.5% y continuar la titulación hasta decolorar la muestra (aspecto semitransparente).

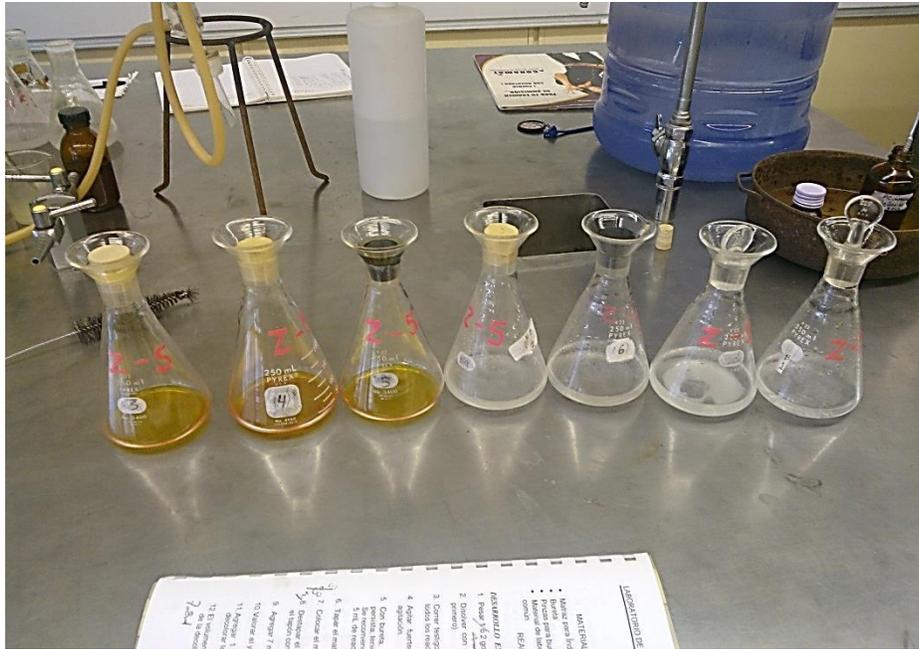


Figura 50. Decoloración de las muestras después de agregarle el almidón para terminar la titulación con tiosulfato de sodio.

12. El volumen que se registra de tiosulfato de sodio es desde cero hasta la obtención de la decoloración.

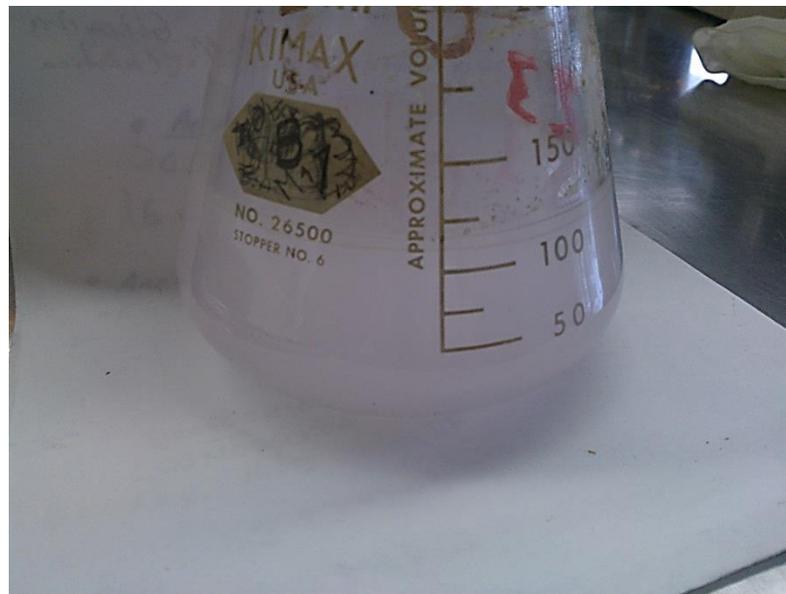


Figura 51. Decoloración de las muestras durante la titulación con tiosulfato de sodio.

13. Cálculos:

$$IY = \frac{12.7 * N(VT - VM)}{m} = \left(\frac{ctg \text{ yodo}}{g \text{ aceite}} \right)$$

Donde:

N = Normalidad del tiosulfato de sodio (mg.eq/mL)

VT = Volumen del tiosulfato para el testigo (mL).

VM = Volumen del tiosulfato para la muestra (mL).

m = Peso de la muestra (g)

ctg = centigramos

ÍNDICE DE YODO	TIPO DE ACEITE
Menor de 90 ctg / g grasa	No secante
90 a 135 ctg / g grasa	Semisecante
Mayor de 135 ctg / G grasa	Secante

4.3.3.5 Determinación de la densidad. Método del picnómetro

MATERIAL Y EQUIPO

- Picnómetro
- Balanza granataria
- Termómetro

DESARROLLO EXPERIMENTAL

1. Lavar el picnómetro perfectamente, utilizando agua y jabón, y si es necesario, utilizar un solvente, que puede ser alcohol etílico de 96°.
2. Llenar el picnómetro con agua de tal forma que al colocar el tapón, el líquido salga por el orificio del capilar del tapón, secar bien y pesar en balanza granataria. Representar este pese con una literal “b”.

3. Secar el picnómetro perfectamente y pesarlo vacío en balanza granataria. Representar este peso con la literal "a".
4. Llenar el picnómetro con aceite de tal forma que al colocar el tapón el aceite salga por el orificio del capilar del tapón, limpiar perfectamente el excedente y pesar en balanza granataria. Representar este peso con la literal "c".
5. Tomar la temperatura a la que se determinó la densidad.
6. Buscar en tablas la densidad del agua a la temperatura a la que se efectuó el análisis ya que es el líquido de referencia para obtener la densidad del aceite.
7. Calcular la densidad del aceite utilizando la siguiente fórmula:

$$\rho_{\text{aceite}} = \frac{c - a}{b - a} (\rho_{\text{agua a } T^{\circ}\text{C}})$$

Donde:

a = Peso del picnómetro vacío.

b = Peso del picnómetro con agua.

C = Peso del picnómetro con aceite.

NOTA: Las densidades de aceites en tablas, generalmente se reportan a temperaturas de 20°C para los aceites y de 40°C para las grasas, y la del agua a 20°C para ambos casos. Por esta razón es importante tomar la temperatura a la cual se lleva a cabo la determinación.

4.3.4 Obtención de tensoactivos no-iónicos

En la segunda parte de la experimentación se obtuvieron tensoactivos no-iónicos de los ácidos grasos mediante una neutralización o saponificación. En esta reacción se necesita de calentamiento de los ácidos grasos para mantenerlos en fase líquida ya que esto facilita la reacción. A continuación se menciona la forma como se realizó esta parte de la experimentación.

4.3.4.1 Diagrama de bloques de la obtención de tensoactivos no-iónicos

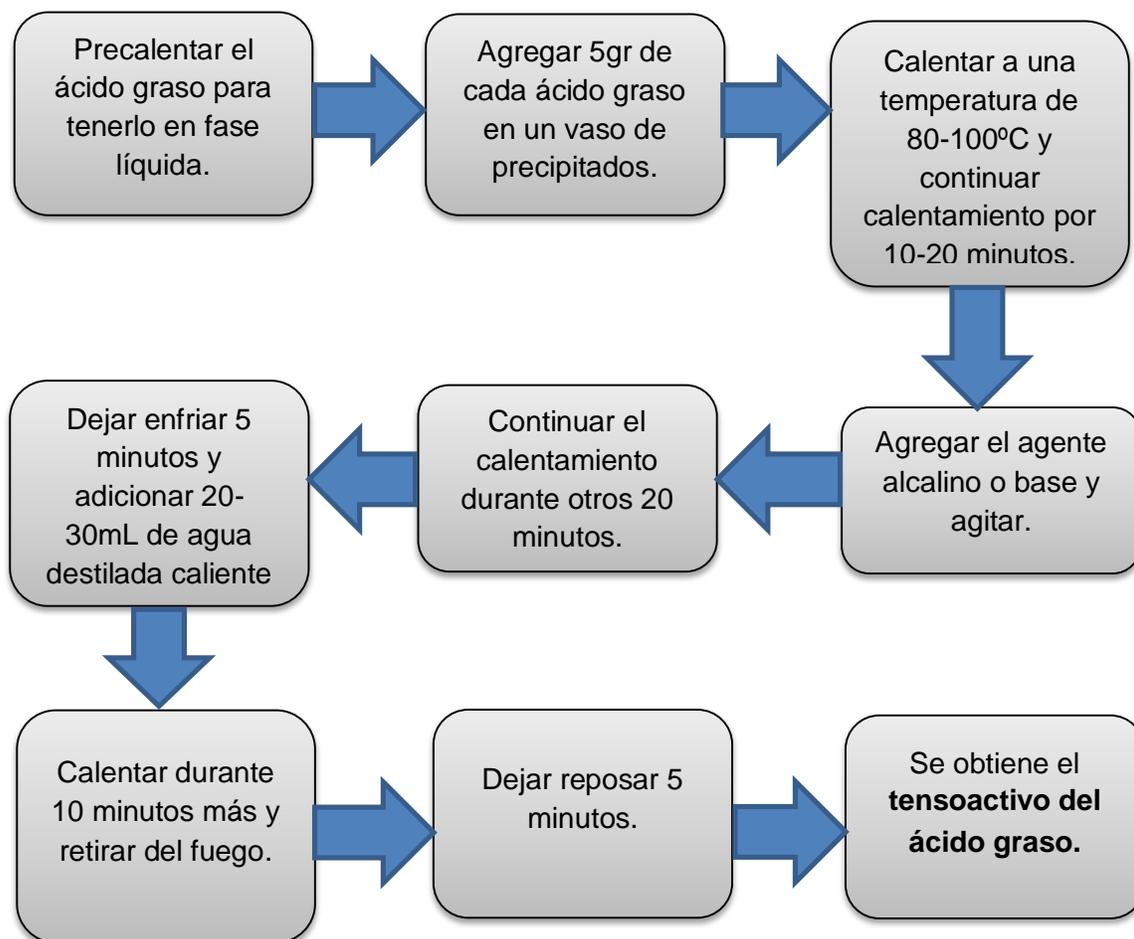


Figura 52. Diagrama de bloques de la obtención de tensoactivos

La saponificación requiere de un ácido graso y una base o álcali. En este trabajo se optó por utilizar 3 álcalis como agentes neutralizantes: trietanolamina, KOH puro y en solución del 50%. Todos los ácidos grasos que se obtuvieron en la primera parte de la experimentación fueron neutralizados con los tres álcalis mencionados, uno a la vez, así se obtuvieron 3 diferentes productos por cada ácido graso.

Se usará el ácido graso de coco para ejemplificar el proceso seguido para cada uno de los ácidos grasos. El procedimiento se repite para cada uno de los ácidos grasos. Se cambia el álcali con el que neutralizamos y se cambia la cantidad de agente saponificante según el índice de saponificación haciendo el mismo cálculo inicial que en este experimento.

4.3.4.2 Neutralización de ácidos grasos con trietanolamina

Un paso fundamental en la experimentación es conocer la cantidad de álcali que se requiere para cumplir con la reacción, por lo tanto se debe calcular como se muestra a continuación.

1.- Para una muestra de 5 gramos de ácido graso de coco, teniendo como referencia el índice de saponificación de éste ácido graso (ver tabla 9), se puede calcular la cantidad de trietanolamina que se requiere para una saponificación completa.

$$\begin{aligned} \text{Gramos de TEA requeridos} &= \frac{\boxed{\text{Índice de saponificación}}}{1 \text{ gr de ac. graso de Coco}} * \frac{133.34 \text{ mg TEA}}{39.1 \text{ mg KOH}} \\ &= 928.12 \frac{\text{mg TEA}}{1 \text{ gr de ac. graso de Coco}} \end{aligned}$$

Esto quiere decir que por cada gramo de ácido graso de coco se necesitan 0.9281 gramos de trietanolamina. Como se puede observar, prácticamente es una relación 1:1. Teniendo este dato se inicia la reacción.

2.- Pesar 5 gramos de trietanolamina, colocar en un vaso de precipitados y se calienta a 80-100°C con agitación constante.



Figura 53. Trietanolamina caliente 80-100°C.

3.- Pesar 5 gramos de ácidos grasos de coco y colocar en el vaso que contiene la trietanolamina caliente. Continuamos con la agitación y el calentamiento durante 20 minutos.

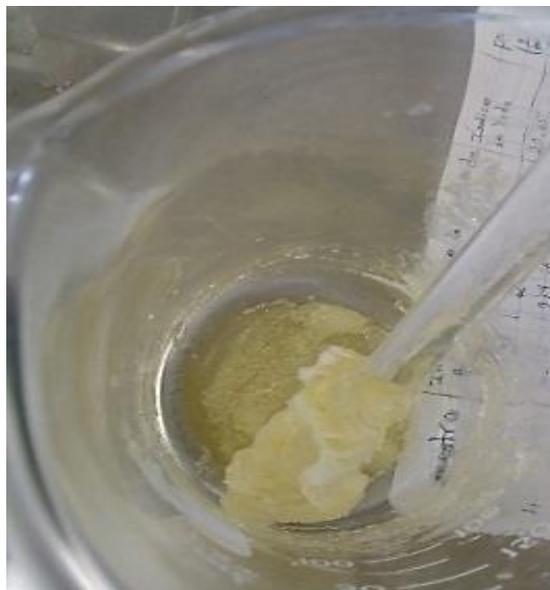


Figura 54. Ácidos grasos de coco con trietanolamina.

4.- Agregar 20-30 mL de agua destilada caliente 70-80°C para retirar el jabón formado y mantener la temperatura en la reacción 80-100°C, junto con una agitación vigorosa constante para eliminar el resto del jabón.



Figura 55. Agua destilada caliente 70-80°C.



Figura 56. Eliminación del jabón durante saponificación

5.- Mantener el calentamiento otros 5 o 10 minutos más. Retirar del fuego y dejar enfriar.



Figura 57. Enfriamiento del producto.

6.- Enfriar y reposar. Envasar o colocarlo en tubos de ensaye para poder observarlos directamente y comparar físicamente algunas de sus propiedades.



Figura 58. Tensoactivo no-iónico obtenido de los ácidos grasos de coco.

4.4 Resultados de la experimentación

1. En la primera etapa de la experimentación se obtuvieron los ácidos grasos de cada aceite vegetal como se ve en la figura 59:



Figura 59. Ácidos grasos que se obtienen de los aceites vegetales de soya, canola y coco

2. En la segunda etapa de la experimentación se obtuvieron los tensoactivos no-iónicos que se muestran en la figura 60:

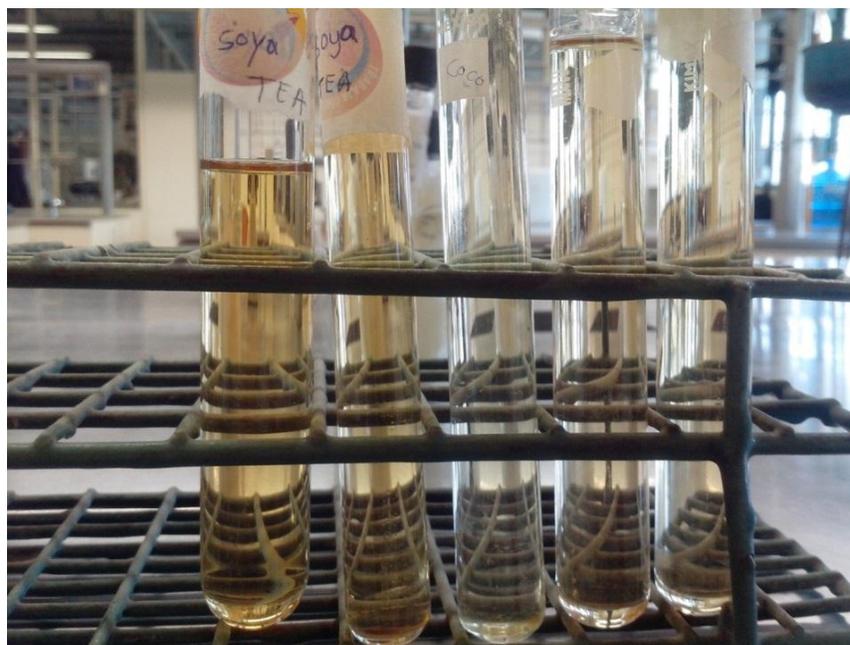


Figura 60. Tensoactivos no-iónicos obtenidos vía saponificación de ácidos grasos de soya, coco y canola respectivamente.

3. Los análisis a los que fueron sometidos los aceites vegetales en el capítulo 4.3.3, arrojan los resultados mostrados en la tabla 8:

Tabla 8. Propiedades fisicoquímicas de los aceites vegetales analizados.

MUESTRA	ÍNDICE DE ACIDEZ	ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN (mg KOH/g aceite)	ÍNDICE DE REFRACCIÓN	ÍNDICE DE YODO	PESO MOLECULAR (g/gmol)	ÁCIDOS GRASOS LIBRES
ACEITE DE COCO	24.37	264.81	1.4552	20.65	211.88	122.5
ACEITE DE SOYA	2.52	214.167	1.4741	127.12	261.99	12.69
ACEITE DE CANOLA	1.157	209.043	1.4724	105.52	268.41	5.81

4. Los análisis a los que fueron sometidos los ácidos grasos en el capítulo 4.3.3, arrojan los resultados mostrados en la tabla 9:

Tabla 9. Propiedades fisicoquímicas de los ácidos grasos obtenidos vía hidrólisis ácida.

MUESTRA	ÍNDICE DE ACIDEZ	ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN (mg KOH/g aceite)	ÍNDICE DE REFRACCIÓN	ÍNDICE DE YODO	PESO MOLECULAR (g/gmol)	ÁCIDOS GRASOS LIBRES
ÁCIDOS GRASOS DE COCO	236.83	272.16	1.4439	---	206.16	1190.27
ÁCIDOS GRASOS DE SOYA	185.6	215.46	1.4650	129.65	260.42	932.79
ÁCIDOS GRASOS DECANOLA	169.7	192.364	1.4667	102.7	291.68	852.88

CAPÍTULO V. ANÁLISIS DE RESULTADOS

Los resultados de las experimentaciones realizadas se analizan con los parámetros de las tablas 8 y 9, cada uno de ellos nos indica el comportamiento de las reacciones y si los productos obtenidos son de la calidad adecuada para poder competir en el mercado.

5.1 Ácidos grasos libres

Son los ácidos grasos que se encuentran presentes en las sustancias grasas desde un principio y que no están combinados con ninguna otra molécula. La hidrólisis busca separar los ácidos grasos que se encuentran dentro de los triglicéridos. Los datos obtenidos en los análisis muestran en la gráfica 1.

Gráfica 1. Resultados de los análisis de ácidos grasos libres en aceites vegetales y ácidos grasos.

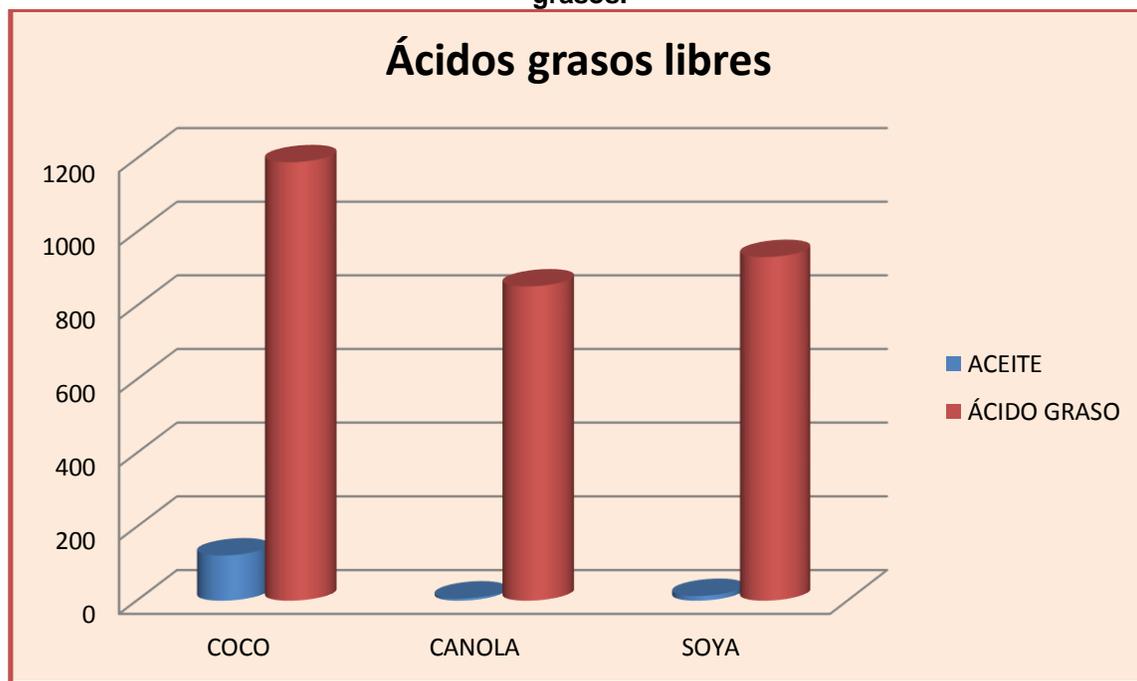


Tabla 10. Comparación de los ácidos grasos libres presentes en aceites vegetales y ácidos grasos.

	ACEITE	ÁCIDO GRASO	PORCENTAJE INCREMENTO
COCO	122.5	1190.27	971.65%
CANOLA	5.81	852.88	14679.52%
SOYA	12.69	932.79	7350.59%

En la gráfica 1 se puede observar que la cantidad de ácidos grasos libres presentes en los aceites vegetales es menor que en los ácidos grasos. Estos valores indican que se pudieron separar los ácidos grasos de las triglicéridos en gran cantidad debido a la hidrólisis ácida, lo cual comprueba que la reacción se llevó a cabo de manera eficiente.

5.2 Índice de saponificación

El índice de saponificación indica la cantidad de miligramos de álcali, por lo general KOH ó NaOH, que se requieren para saponificar 1 gramo de grasa. También es una forma de conocer el peso molecular promedio de los ácidos grasos presentes en las muestras. Este índice es fundamental para llevar a cabo adecuadamente la saponificación.

En la experimentación se obtuvieron los siguientes resultados:

Gráfica 2. Resultados de los análisis del índice de saponificación en aceites vegetales y ácidos grasos.

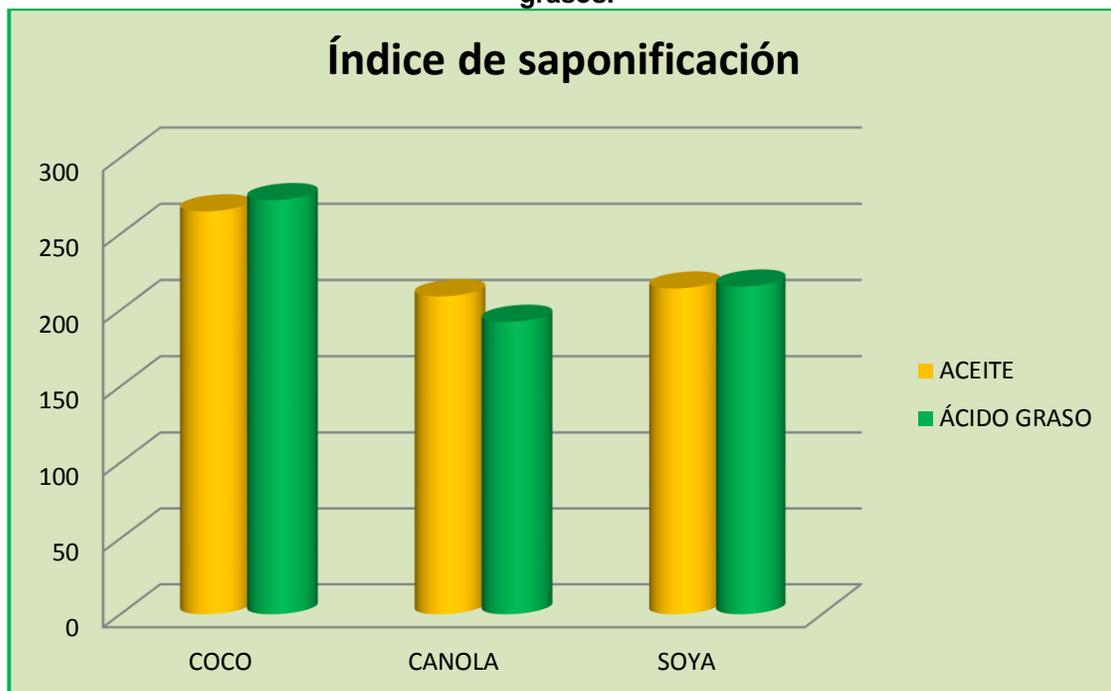


Tabla 11. Comparación del índice de saponificación entre aceites vegetales y ácidos grasos.

	ACEITE	ÁCIDO GRASO
COCO	264.81	272.16
CANOLA	209.043	192.364
SOYA	214.167	215.46

Los datos obtenidos indican que la reacción de saponificación requiere de cantidades de álcali similares para completarse, tanto para los aceites vegetales como para los ácidos grasos. La diferencia radica en que en los aceites vegetales existen pocos ácidos grasos libres, lo que resultaría en una eficiencia menor si se saponifican aceites vegetales en comparación con los ácidos grasos.

5.3 Índice de acidez

El índice de acidez se define como miligramos de álcali necesarios para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en 1 gramo de sustancia grasa, y constituye una medida del grado de hidrólisis de una grasa. Es decir, que a mayor valor de índice de acidez mayor es la cantidad de ácidos grasos presentes en la muestra. Los resultados de los análisis fueron los siguientes:

Gráfica 3. Resultados de los análisis del índice de acidez en aceites vegetales y ácidos grasos.

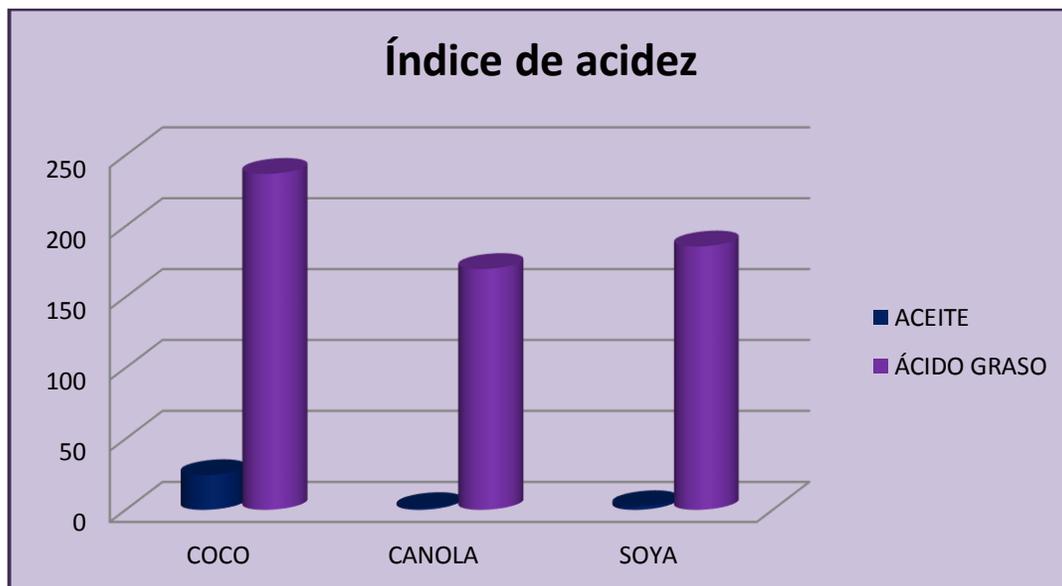


Tabla 12. Comparación del índice de acidez entre aceites vegetales y ácidos grasos.

	ACEITE	ÁCIDO GRASO
COCO	24.37	236.83
CANOLA	1.157	169.7
SOYA	2.52	185.6

Lo que confirma que en los aceites vegetales existe menor cantidad de ácidos grasos libres en comparación con los existentes después de la hidrólisis ácida en los ácidos grasos.

5.4 Índice de yodo

Es el grado de insaturación de una sustancia grasa o la cantidad de dobles enlaces en las moléculas de las grasas. Los resultados de los análisis fueron los siguientes:

Gráfica 4. Resultados de los análisis del índice de yodo en aceites vegetales y ácidos grasos.

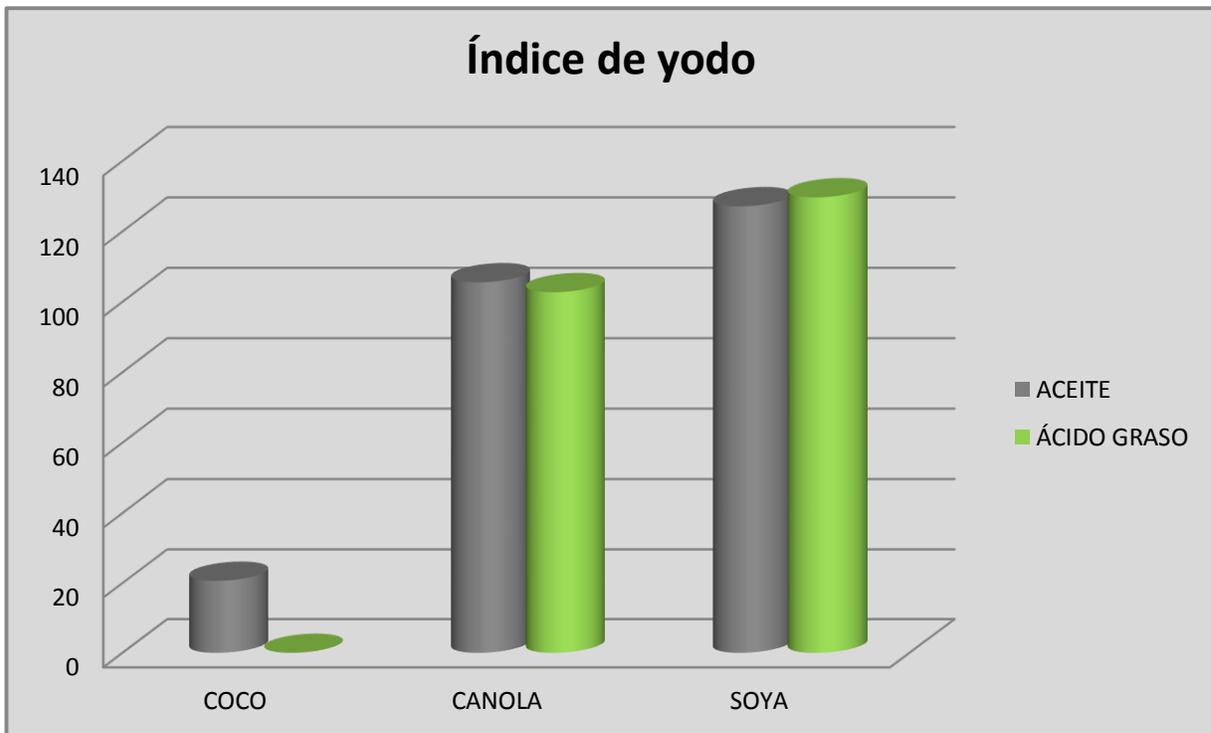


Tabla 13. Comparación del índice de yodo entre aceites vegetales y ácidos grasos.

	ACEITE	ÁCIDO GRASO
COCO	20.65	0
CANOLA	105.52	102.7
SOYA	127.12	129.65

Para el caso del ácido graso de coco el grado de insaturación es pequeño por lo que se redondea a cero. Como se sabe, una de las principales características del aceite de coco es la existencia predominante de ácidos grasos saturados y prácticamente nulos ácidos grasos insaturados. Cuando se forma el ácido graso a partir del aceite de coco, la insaturación disminuye aún más.

Los resultados indican que el grado de insaturación fue similar debido a que partimos de la misma materia prima, los aceites vegetales del ácido graso en cuestión. Por tanto es de esperarse que el grado de insaturación sea similar.

El índice de yodo es un parámetro que nos indica también el tipo de aceite. Puede ser secante, no secante o semisecante. Existen valores preestablecidos para determinar de qué tipo de aceite se trata.

Tabla 14. Tipo de aceite según el índice de yodo.

ÍNDICE DE YODO ($I_2/100g$)	TIPO DE ACEITE
Inferior a 110	No secante
Entre 110 y 140	Semisecante
A partir de 140	Secante

De la tabla 14 se concluye que el aceite de soya es aceite semisecante. Los aceites de coco y canola son aceites no secantes. Del tipo de aceite podemos determinar algunos posibles usos o aplicaciones los mismos. Un aceite secante puede utilizarse en barnices o pinturas donde queremos que el secado sea rápido.

CONCLUSIONES:

El proceso de obtención de ácidos grasos por medio de la reacción de hidrólisis ácida demostró ser factible, eficaz y económico ya que no requiere instalaciones costosas y los productos obtenidos competirían en forma favorable con los existentes en el mercado.

Al determinar y comparar las propiedades fisicoquímicas de los aceites vegetales y sus ácidos grasos, se concluye que la hidrólisis ácida es una vía factible debido a que los resultados demuestran una reacción satisfactoria y se obtienen productos de buena calidad, con condiciones de operación menos críticas.

La obtención de tensoactivos no-iónicos derivados de los ácidos grasos ejemplifica una de las aplicaciones que éstos que pueden tener. Los tensoactivos no-iónicos tienen gran demanda en el mercado nacional e internacional, y se utilizan para otorgarles características únicas a múltiples productos.

Por lo tanto los ácidos grasos obtenidos, así como sus ácidos grasos derivados, pueden ser empleados sin ningún problema dentro de la industria farmacéutica, de alimentos y cosmética, entre otras.

Lo anterior representa una gran oportunidad para emprendedores, industriales e inversionistas para producir ácidos grasos y sus derivados, con una calidad que cumple con las exigencias del mercado nacional y sobre todo ayudarían a reducir las importaciones y fuga de divisas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] BÁÑEZ SANZ J. Manuel, et al. (2008) **La Industria de los Agentes Tensoactivos**, Libro de Docencia e Investigación, Departamento de Química Orgánica, Universidad de Valladolid, España.
- [2] BERNARDINI E, (1981) **Tecnología de Aceites y grasas**, Libro de Ingeniería Química, Editorial Alhambra.
- [3] CANTARENO Malagón Antonio Samuel, (2010) **Determinación de tensoactivos aniónicos en matrices ambientales. Comportamiento del jabón en una parcela agrícola**, Tesis doctoral, Facultad de Ciencias, Universidad de Granada, España, recuperada de <http://digibug.ugr.es/bitstream/10481/4854/1/18615521.pdf> el 08/02/2013.
- [4] GAVILÁN Nieves Adalid. (2005) **Fabricación de detergente en polvo**, Departamento de Ingeniería Química, Universidad Politécnica de Cataluña, España, Recuperado de la página en línea de: <http://upcommons.upc.edu/pfc/bitstream/2099.1/13097/1/Mem%C3%B2ria.pdf> el 15/02/2013.
- [5] **Estructura y características de los ácidos grasos**, Lípidos, Departamento de biología, Aula virtual de Biología, Universidad de Murcia, España. Recuperada de: <http://www.um.es/molecula/lipi01.htm> el 10/02/2013.
- [6] HERNANDEZ Meneses María de la Luz, (1999) **Mejoramiento del análisis de ácidos grasos en aceites vegetales por cromatografía de gases utilizando como alternativa una columna capilar**, Tesis universitaria, Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Extractivas, Instituto Politécnico Nacional, México.
- [7] INEGI, (2011) **Agentes tensoactivos (Periodicidad: Anual)**, Sector Energético, Petroquímicos, Instituto Nacional de Estadística Y Geografía, México. Recuperada de: <http://www.inegi.org.mx/sistemas/bie/default.aspx?idserPadre=11601330006000100010001000020005#D11601330006000100010001000020005> el 12/02/2013.
- [8] KIRK-OTHMER, (1966) **Enciclopedia de la tecnología química**, Libro de Ingeniería Química, Editorial Limusa, pág. 1360. Recuperada el 15/02/2013.

- [9] SALAGER Jean Louis, et al. (2004) **Surfactantes: Generalidades y Materias Primas**, Cuaderno FIRP S301-PP, Facultad de Ingeniería, Universidad de los Andes, Venezuela, recuperada de <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S301.pdf> el 08/02/2013.
- [10] SALAGER Jean Louis, et al. (2002) **Surfactantes: Tipos y Usos**, Cuaderno FIRP S300-A, Facultad de Ingeniería, Universidad de los Andes, Venezuela. Recuperada de la página <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S300A.pdf>, el 08/02/2013.
- [11] SALAGER Jean Louis, et al. (2004) **Surfactantes Aniónicos**, Cuaderno FIRP S301-PP, Facultad de Ingeniería, Universidad de los Andes, Venezuela, recuperada de <http://www.firp.ula.ve/archivos/cuadernos/S302.pdf> el 08/02/2013.
- [12] SCOTT Pattison E. (1959) **Industrial fatty acids and their applications**, Libro de Ingeniería Química, Editorial Dekker, New York, Estados Unidos.
- [13] **Procesamiento de los ácidos grasos**, (2012) Ácidos grasos, Química, recuperada de: <http://www.textoscientificos.com/quimica/acidos-grasos/procesamiento> el 09/02/2013.

ANEXOS

ANEXO A.

NMX-F-149-1970. DETERMINACIÓN DEL ÍNDICE DE TITER, EN ACEITES Y GRASAS VEGETALES O ANIMALES. NORMAS MEXICANAS. DIRECCIÓN GENERAL DE NORMAS.

1. ALCANCE

La presente Norma establece el método de prueba para la determinación del punto de solidificación de los ácidos grasos de los aceites y grasas, vegetales o animales.

2. APARATOS Y EQUIPO

- Balanza granataria, con sensibilidad de 0.1 g.
- Vaso cilíndrico tipo Griffin, de forma baja, con capacidad de 2000 ml.
- Tela metálica de acero inoxidable.
- Frasco de boca ancha para baño de agua, con capacidad de 450 ml, de 190 mm de altura y en el cuello un diámetro interior de 38 mm.
- Tubos de ensayo de 100 mm de longitud y 25 mm de diámetro, con o sin labio. Estos tubos deben tener una marca de aforo a una distancia de 57 mm del fondo (tubos Titer).
- Recipiente de saponificación.- Este debe ser un matraz, un vaso, o un recipiente de capacidad apropiada.
- Agitador de 2 a 3 mm de diámetro exterior, con un extremo doblado en forma de lazada, y con diámetro exterior de 19 mm. Para su construcción puede utilizarse vidrio, níquel, cromo, acero inoxidable o alambre monel. El extremo superior debe estar construido en tal forma, que facilite la adaptación de un sistema mecánico.
- Termómetro graduado, de 0-150°C.
- Termómetro para la prueba de "Titer", verificado bajo especificaciones A.O.C.S., H6 - 40, u otro similar.

3. MATERIALES Y REACTIVOS

- Los reactivos que a continuación se mencionan, deben ser grado analítico, a menos que se indique otra cosa. Cuando se hable de agua, ésta debe ser destilada y recientemente hervida
- Solución de glicerina cáustica.
- Preparación de la solución.- Calentando se disuelven 250 g de hidróxido de potasio sólido, en 1250 g de glicerina; para evitar la formación de espuma, no calentar a más de 140°C.
- Solución de ácido sulfúrico al 30 %.
- Preparación de la solución.- A 70 ml de agua se le agregan 16 ml de ácido sulfúrico, de peso específico 1.84.
- Solución indicadora de anaranjado de metilo.
- Papel filtro cualitativo, de grado de filtración rápida.
- Etilén glicol.



wondershare™

Continuación del Anexo A.

- Hielo o hielo seco, en trozos de 10 a 15 mm, aproximadamente.

4. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La porción de muestra para analizar, debe estar limpia, transparente y seca, en caso contrario, se procede a fundir calentando a una temperatura que no exceda a los 15°C, arriba de su punto de fusión, se pasa a través de papel filtro para eliminar impurezas y los últimos vestigios de humedad.

5. PROCEDIMIENTO

5.1 Preparación de los ácidos grasos: Se pesan 110 g de glicerina cáustica, y se colocan en el recipiente para saponificación, se agita y se calienta a 150°C, se agregan 50 ml de la muestra (se funde previamente si se trata de una grasa), se vuelve a calentar entre 140-150°C. En algunos casos es necesario agregar una porción de glicerina cáustica, para hacer que la saponificación sea completa, se continúa agitando hasta que se complete dicha saponificación, aproximadamente de 15 a 30 minutos (no debe calentarse a más de 150°C).

5.2 Se enfría ligeramente, se agregan de 200 a 300 ml de agua caliente (a 70-80°C), se agita bien la mezcla y se calienta hasta que el jabón se disuelva. Se agregan cuidadosamente mientras se agita, 50 ml de solución de ácido sulfúrico. Se hierve hasta que los ácidos grasos estén completamente transparentes y separados. Si se desea, puede agregarse agua caliente (a 70-80°C), antes o durante el calentamiento. Si se utiliza mechero de gas, el nivel de agua debe mantenerse lo suficientemente alto para evitar carbonizaciones en los lados de la cápsula.

5.3 Se desecha la capa acuosa que contiene ácido sulfúrico, mediante un sifón u otro medio conveniente, se agrega otra porción de agua caliente (70-80°C), y se hierve de 2 a 3 minutos bajo enérgica agitación, hasta que los ácidos grasos estén completamente transparentes y separados.

5.4 Se elimina la capa acuosa y se continúan los lavados, hasta que el agua del lavado sea neutra al anaranjado de metilo y al final, al papel indicador de pH.

5.5 Se transfieren, cuidadosamente, los ácidos grasos a un vaso de precipitados, de tal modo que no se incluyan gotas de agua, se agrega un exceso de sulfato de sodio anhidro (de 10 a 20 %, sobre los ácidos grasos), y se pasa por un papel filtro seco. Las operaciones anteriores deben efectuarse entre 70 y 80°C.

5.6 Se calientan los ácidos grasos filtrados sobre una placa, hasta 130°C, se tapan y se enfrían a temperatura entre 50-70°C. Se llena el tubo "Titer" hasta el aforo, para efectuar la prueba, de tal manera que la temperatura no sea mayor de 20°C, arriba del "Titer" esperado.

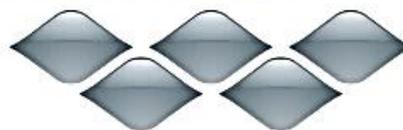
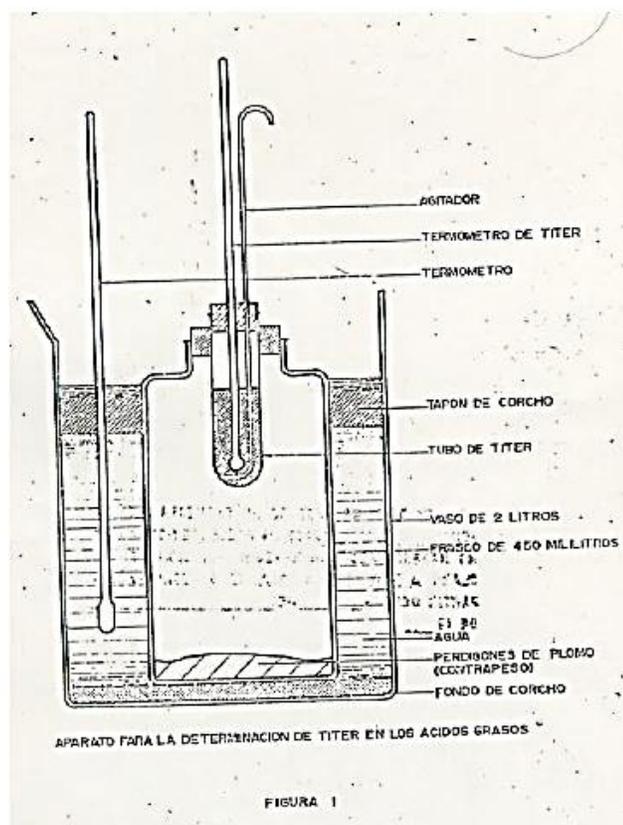
5.7 Determinación del punto de solidificación de los ácidos grasos ("TITER")



Wondershare™

Continuación del Anexo A.

- 5.7.1 Para ácidos grasos con "Titer" probable arriba de 35°C, se llena el baño de agua hasta el nivel indicado, y se ajusta la temperatura entre 15-20°C \pm 1°C abajo del "Titer" probable. Ver Fig. 1.
- 5.7.2 Para ácidos grasos con "Titer" probable menor de 35°C, se llena el baño con etilén glicol, hasta el nivel indicado, se coloca la tela metálica y se le agrega hielo o hielo seco picado, casi al nivel del etilén glicol hasta alcanzar la temperatura deseada, manteniendo ésta entre 15-20°C abajo del punto de "Titer" de la muestra. Ver Fig. 1.
- 5.7.3 Se agitan los ácidos grasos, en forma vertical, con el agitador en forma de lazada (ver inciso 7.1.1), hasta que la temperatura no baje, permanezca constante o se inicie un ascenso. Se suspende la agitación inmediatamente, y se quita o levanta el agitador hacia afuera de la muestra, y se observa el aumento de temperatura. El índice de "Titer" es la temperatura más alta, alcanzada por el termómetro, durante la determinación. Ver Fig. 1.



wondershare™