

870127

5.
2ej

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA

INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

ESCUELA DE CIENCIAS QUIMICAS



EXTRACCION Y CARACTERIZACION DEL ACEITE DE YUCCA

TESIS PROFESIONAL
 QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:
 QUIMICO FARMACEUTICO BIOLOGO
 P R E S E N T A :
MIRNA ESTARRON ESPINOSA
 ASESOR: Q. F. B. BEATRIZ GARCIA VAZQUEZ
 GUADALAJARA, JAL. 1989

FALLA DE ORIGEN



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas Tesis Digitales Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS © PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis está protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

INTRODUCCION	1
1 GENERALIDADES	2
1.1 LIPIDOS	2
1.2 CLASIFICACION DE LIPIDOS	3
1.3 COMPOSICION DE LIPIDOS	5
2 ANTECEDENTES	7
2.1 LAS YUCCA	7
2.2 OBJETIVOS	7
3 LA MATERIA PRIMA	8
3.1 DESCRIPCION BOTANICA	8
3.2 COMPOSICION DEL FRUTO	9
3.3 DISPONIBILIDAD DE MATERIA PRIMA	10
4 TRATAMIENTOS PREVIOS DE LA SEMILLA	12
4.1 LIMPIEZA DE LAS SEMILLAS	12
4.2 PRETRATAMIENTO Y ACONDICIONAMIENTO	12
4.2.1 TRITURACION DE LAS SEMILLAS	12
4.2.2 CALENTAMIENTO DE LAS SEMILLAS	13
4.2.3 ACONDICIONAMIENTO DE LAS SEMILLAS	13
5 DESCRIPCION DE LOS PROCESOS DE EXTRACCION	15
5.1 LA EXTRACCION POR SOLVENTES	15
5.1.1 TEORIA DE EXTRACCION	15
5.1.2 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCION	17
5.1.3 METODOS DE EXTRACCION POR SOLVENTES	22
5.2 LA EXTRACCION CON FLUIDOS SUPERCRITICOS	24
5.2.1 INTRODUCCION	24
5.2.2 GENERALIDADES SOBRE EL PROCESO	26
5.2.3 LOS SOLVENTES SUPERCRITICOS	30
5.2.4 EL FUTURO DE LA EXTRACCION SUPERCRITICA	34
6 DESCRIPCION DEL PROCESO DE REFINACION DE ACEITES	36
6.1 DESGOMADO	36
6.2 NEUTRALIZACION	37
6.2.1 GENERALIDADES DEL PROCESO	37
6.2.2 NEUTRALIZACION QUIMICA	38
6.2.3 NEUTRALIZACION FISICA	42
6.2.4 LAVADO DE ACEITES NEUTRALIZADOS	43
6.3 DECOLORACION	44
6.3.1 GENERALIDADES DEL PROCESO	44
6.3.2 TIERRAS DECOLORANTES	44
6.3.3 CARBONES ACTIVOS	45
6.3.4 SECADO DE ACEITES ANTES DE LA DECOLORACION	45
6.3.5 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA DECOLORACION	45
6.4 DESODORIZACION	48
6.5 WINTERIZACION	49
7 METOLOGIA ANALITICA	52
8 DISEÑO EXPERIMENTAL	59
8.1 PLAN DE TRABAJO	59
8.2 PRETRATAMIENTOS DE LA SEMILLA	60
8.3 LA EXTRACCION DEL ACEITE	61
8.3.1 CON SOLVENTE	61
8.3.2 CON CO2 SUPERCRITICO	61
8.4 LA REFINACION	66
8.5 ANALISIS QUIMICOS	72
9 RESULTADOS	73
10 ANALISIS DE RESULTADOS	97

11	CONCLUSIONES	100
12	BIBLIOGRAFIA	102
13	APENDICE	104

INTRODUCCION

Debido al elevado crecimiento demográfico, México, al igual que otros países, encara uno de los más importantes problemas: el alimentar a su población creciente.

Para lograrlo debe aprovechar todos aquellos productos que sean susceptibles de utilizarse como alimento, tanto humano como animal.

En nuestro país existen muchos productos que deben ser estudiados como fuentes potenciales para la obtención no sólo de alimentos, sino además de diversos productos industriales.

Uno de los recursos renovables de invaluable importancia que se desarrolla en las zonas áridas y semiáridas de México es la Yucca filifera y en torno a ella, ha surgido la necesidad de generar nuevas alternativas para su preservación, propagación y utilización comercial e industrial.

El gran índice de subproductos industriales, hace necesaria la aplicación de nuevas tecnologías para su mejor aprovechamiento en el desarrollo de la industria; tal es el caso del aceite de semilla de Yucca filifera, cuyas características pudieran hacerlo de tipo comestible y su proceso de extracción puede ser un complemento en la extracción de saponinas esteroidales.

El presente estudio pretende sentar nuevas bases para el aprovechamiento de este subproducto, empleando primeramente métodos tradicionales de extracción por solvente e incursionando en un nuevo campo: extracción de aceite con fluidos en estado supercrítico.

Se hará la caracterización correspondiente utilizando métodos ya establecidos (JADAC) y se culminará con los procesos de desgomado, refinado, etc. a nivel laboratorio; comparando posteriormente los resultados obtenidos de la caracterización tanto del aceite extraído con hexano como del obtenido de la extracción con CO₂ en estado supercrítico.

1 GENERALIDADES

1.1 LIPIDOS

Con el nombre de lípidos, se conoce a un grupo de compuestos de estructura heterogénea muy abundantes en la naturaleza, del que las grasas y los aceites son los representantes más importantes.

Están formados por carbono, oxígeno e hidrógeno y en ciertos casos también pueden contener fósforo y nitrógeno. Dentro de los compuestos clasificados como lípidos existe una gran variedad de sustancias que presentan poca similitud en su estructura química, pero tienen la peculiaridad de ser solubles en disolventes orgánicos e insolubles en agua; tal es la definición de lípidos: compuestos solubles en éter, cloroformo y otros disolventes no polares, pero insolubles en agua.

La distinción genérica que existe entre un aceite y una grasa es que los aceites son líquidos a temperatura ambiente, mientras que las grasas son sólidas. Los aceites son de origen vegetal mientras que las grasas son generalmente de origen animal.

Las semillas oleaginosas son las principales fuentes para la producción de aceites, ya que los frutos y los vegetales contienen en general muy bajas concentraciones, salvo algunas excepciones.

Los aceites de uso comercial en alimentos son extraídos de las semillas oleaginosas por prensado mecánico o con diferentes solventes como el hexano, o por una combinación de ambos procesos. A los lípidos obtenidos así, directamente de las semillas, se les conoce como aceites crudos, y contienen una cierta concentración de compuestos no lípidos. Posterior a este proceso, los aceites son sometidos a otros tratamientos para eliminar constituyentes indeseables y puedan ser empleados para alimentación.

La mayoría de los aceites vegetales empleados como alimento humano son relativamente ricos en ácidos grasos poliinsaturados, especialmente linoleico. Estos ácidos grasos pueden autooxidarse si no se protegen con antioxidantes adecuados.

Los aceites vegetales contienen por naturaleza compuestos de la familia de la vitamina E, tocoferoles y tocotrienoles, que son eficaces antioxidantes y estabilizadores bajo condiciones normales de conservación. Si los aceites se calientan excesivamente o se emplean repetidas veces para freír alimentos, se perderá la vitamina E y se formarán productos de oxidación y polimerización que pueden ser tóxicos.

La importancia de los aceites y grasas radica en el hecho de ser los nutrimentos fundamentales en la dieta humana y animal, ya que representan la forma más concentrada de calorías en los alimentos. Además de su valor nutritivo, los lípidos contribuyen en muchos aspectos a la textura de los alimentos, sirven como vehículo de las vitaminas liposolubles e influyen en el sabor de varios productos alimenticios.

1.2 CLASIFICACION DE LIPIDOS

Debido a que los lípidos abarcan una gama muy amplia de compuestos se han aplicado diversos criterios para su clasificación:

En función de su estructura química se dividen en tres grandes grupos:

A.- LIPIDOS SIMPLES.- Esteres de Ácidos grasos y alcoholes.

B.- LIPIDOS COMPUESTOS.- Lípidos simples conjugados con moléculas no lípidas.

En cuanto a su capacidad o incapacidad para formar jabones se clasifican en saponificables e insaponificables respectivamente.

Una de las clasificaciones importantes de los aceites vegetales es aquella dada por el índice de yodo, ya que da el grado de insaturación de los ácidos grasos presentes en los glicéridos y, por ello, su utilización en el campo de la refinación, fraccionamiento e hidrogenación, que son los procesos básicos en el tratamiento de los aceites y grasas. Esta clasificación se muestra en la tabla 1.1.

En base a su capacidad para la desecación o la polimerización se distinguen tres grupos:

Aceites no Secantes.- Aquellos con índice de yodo inferior de 90.

Aceites Semisecantes.- Aquellos con índice de yodo entre 90 y 130.

Aceites Secantes.- Aquellos cuyo índice de yodo es mayor ue 130.

TABLA 1.1 CLASIFICACION DE ACEITES Y GRASAS DE ACUERDO A SU INDICE DE YODO

Grasa o aceite	Índice de Iodo	Índice de saponificación	Índice de refracción		Peso específico	
			°C		°C	
Linaza.....	170-204	188-196	25	1,477-1,482	15	0,931-0,938
Tung.....	160-175	189-195	25	1,516-1,520	15	0,938-0,943
Nogal.....	138-162	189-197	40	1,469-1,471	15	0,925-0,927
Cártamo.....	140-150	188-194	40	1,467-1,469	15	0,919-0,924
Pepita de uva.....	125-143	176-206	25	1,470-1,476	15	0,909-0,926
Soja.....	120-141	189-195	25	1,470-1,476	15	0,924-0,928
Adormidera.....	130-140	189-196	25	1,473-1,476	15	0,924-0,927
Girasol.....	125-136	188-194	25	1,472-1,474	15	0,922-0,926
Guizotía.....	126-134	188-193	40	1,467-1,469	15	0,910-0,911
Maíz.....	103-128	187-193	25	1,471-1,474	15	0,922-0,926
Semilla de tomate.....	112-124	186-194	25	1,470-1,474	15	0,920-0,925
Sésamo.....	103-116	188-195	25	1,470-1,474	15	0,920-0,926
Algodón.....	99-113	189-198	25	1,463-1,472	15	0,922-0,924
Salvado de arroz.....	92-110	183-194	40	1,465-1,468	15	0,918-0,928
Kapok.....	86-100	189-197	25	1,466-1,472	15	0,920-0,933
Colza.....	97-108	170-180	25	1,470-1,474	15	0,913-0,918
Almendra.....	102-105	188-197	40	1,462-1,465	15	0,911-0,917
Cacahuete.....	84-100	188-195	25	1,467-1,470	15	0,917-0,921
Ricino.....	81-91	176-187	25	1,473-1,477	15	0,958-0,968
Té.....	80-90	188-196	25	1,466-1,470	15	0,915-0,925
Oliva.....	80-88	188-196	25	1,466-1,468	15	0,914-0,919
Lentisco.....	81-87	185-188	25	1,467-1,469	15	0,918-0,918
Manteca de karité.....	56-67	178-190	40	1,464-1,467	15	0,917-0,918
Palma.....	44-54	195-205	40	1,433-1,456	15	0,921-0,925
Manteca de cacao.....	35-40	190-200	40	1,453-1,458	15	0,990-0,998
Palmiste.....	14-33	245-255	40	1,449-1,452	40	0,900-0,913
Babású.....	14-18	247-251	40	1,449-1,451	15	0,916-0,918
Coco.....	7,5-10,5	250-264	40	1,448-1,450	15	—

Fuente: Tecnología de Aceites y Grasas, E. Bernardini, 1981.

1.3 COMPOSICION DE LIPIDOS

COMPONENTES DE LOS LIPIDOS

A).- **Acidos Grasos**- Son los componentes más abundantes de las sustancias grasas, sean de origen animal o vegetal, generalmente no se encuentran en estado libre como tales, sino en forma esterificada como parte constituyente de los diferentes acilglicéridos. Los ácidos grasos pueden ser saturados e insaturados y ello le conferirá características determinadas a las grasas que los contengan.

B).- **Acilglicéridos**- Son los productos derivados de la reacción de esterificación entre el glicerol y una, dos o tres moléculas de ácido graso. Dentro de los acilglicéridos, los triacilglicéridos (tres átomos de carbono de la molécula de glicerol sustituidos), están siempre presentes en cantidades importantes, como constituyentes de grasas y aceites.

C).- **Fosfátidos**- Son diacilglicéridos cuya característica principal es la de tener fósforo en la molécula del glicérido; debido a su elevada insaturación, éstos se oxidan fácilmente y son los iniciadores de muchas de las reacciones de deterioro en grasas animales y vegetales.

D).- **Pigmentos**- En los aceites y grasas dominan tres colores: amarillo, rojo y verde.

La coloración amarilla y roja se debe a algunos pigmentos llamados carotenoides. El color verde que frecuentemente se nota en los aceites vegetales es debido a la presencia de pequeñas cantidades de dos pigmentos pertenecientes al grupo de las clorofilas. La eliminación de estos pigmentos se realiza, por lo general, por la acción adsorbente de tierras decolorantes o carbones activos.

E).- **Esteroles**- Estas sustancias contienen un grupo químico llamado perhidrociclopentanofenantreno, además de una cadena hidrocarbonada y un grupo alcohol; se localizan en lípidos de origen animal y vegetal.

Los esteroles de origen vegetal son denominados fitoesteroles, entre ellos : sitosterol y el estigmasterol son los más conocidos.

Los esteroles tienen un punto de ebullición más bajo que los glicéridos y que los ácidos grasos, por lo que destilan en la fase de desodorización y destilación.

F).- Tocoferoles- Conocidos con precisión son el alfa, beta y gamma tocoferol. Se obtienen de la destilación de los subproductos de la refinación de aceites vegetales ya que se encuentran en la parte insaponificable de las sustancias grasas y destilan a vacío. Debido a su estructura tienen función antioxidante.

G).- Otros- Además de los constituyentes antes mencionados, en las grasas y aceites se encuentran en pequeños porcentajes:

- Productos resinosos,
- Hidrocarburos,
- Glucósidos y
- Alcoholes grasos.

2 ANTECEDENTES

2.1 LAS YUCCA

En todo el mundo existen unas 47 especies del género *Yucca*, de las cuales 29 crecen en nuestro país cubriendo amplias regiones desde el desierto Sonorense hasta el Chihuahuense, en donde prolifera una de las especies más importantes: La *Yucca filifera*.

Las especies que crecen en el desierto mexicano, han sido utilizadas tradicionalmente por los habitantes de estas regiones como material de construcción, fuente de fibras y alimento, sustitutos de jabón y ornato, entre otros.

Actividades realizadas en épocas recientes, han permitido reafirmar promisorias perspectivas para obtención de sustancias esteroidales de múltiple aplicación en la industria farmacéutica a partir de varias especies de *Yucca*.

La especie que más atención ha recibido es la *Yucca filifera*, de cuyas semillas se obtienen algunas materias de utilización industrial. Con el auge de la industria de las hormonas esteroidales, las saponinas contenidas principalmente en las semillas, cobraron importancia quedando entre los subproductos el aceite contenido en las semillas.

La proporción de aceite en estas semilla es variado, de un 20-35%; sus características lo hacen ser de tipo comestible, con cierta similitud al del cártamo. Por lo que el aprovechamiento de este producto debido a sus características, pudieran hacerlo económicamente factible para comercialización.

2.2 OBJETIVOS

- 1.- DETERMINACION DE LOS RENDIMIENTOS DE EXTRACCION POR SOLVENTES Y POR FLUIDOS EN ESTADO SUPERCRITICO.
- 2.- CARACTERIZACION DEL ACEITE EXTRAIDO MEDIANTE ANALISIS QUIMICOS ESPECIFICOS.
- 3.- GENERAR LAS BASES DE CONTROL DE CALIDAD PARA EXTRACCION Y REFINACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA.

3 LA MATERIA PRIMA

3.1 DESCRIPCION BOTANICA

Las plantas del género *Yucca*, pertenecen a la familia AGAVACEAE (Hutchinson 1959), y comprenden unas 40 especies nativas del Norte y Centro de América extendidas desde Montana, E.E.U.U., hasta Centroamérica.

En nuestro país, gran parte de la superficie de las zonas áridas se encuentran ocupadas por representantes de las especies de este género, siendo entre las más importantes por su densidad de población: *Y. filifera*, *Y. decipiens*, *Y. torrey*, *Y. samuelis*, *Y. carnerosana*, *Y. faxoniana*, *Y. peninsularis*, *Y. valida*, *Y. shidiqera*.

YUCCA FILIFERA: LA PLANTA.

La *Yucca filifera* es conocida en México con los nombres siguientes: Izote, en el Valle de México; Palma corriente, en Querétaro; Palma grande, en Coahuila y; Palma china, en San Luis Potosí.

Es una planta arborescente en la parte superior y su sistema de sostén está centrado por un tronco recto, el cual presenta gran cantidad de elementos protectores a la planta en general; su altura es variable, por lo general de 10 metros o más de altura.

Las plantas adultas son en general muy ramificadas, cada rama termina en un penacho de hojas lanceoladas.

a).- Hojas: Sus hojas son rígidas, desplegadas con fuerte punta punzante de color verde de 30 cm. de largo y 25 cm. de ancho (sujeto a variaciones). En cuanto a su forma son gruesas, planas o cóncavo-convexas y lisas o excepcionalmente se presentan algo rasposas en los ángulos dorsales y en raras ocasiones cortantes, presentan márgenes delgados de color pardo castaño y fibroso.

b).- Inflorescencia: Esta parte de la *Yucca filifera* está sobre un largo pedúnculo, oblongo, penduloso y con las ramas colgantes, siendo su inflorescencia terminal erecta en un principio, y colgante después de la floración, su forma es en panícula oral grande.

c).- Flores: Estos elementos son de color blanco cremoso y segmentos de sépalos ovales o altamente oblongos, son abayadas de 5-7 cm. de largo y estigma profundamente hexobulado.

d).- Raíz: Es fibrosa, sostiene fuertemente a la planta en el suelo mediante sus numerosas raíces y raicillas, aún cuando no se profundiza mucho en el terreno.

e).- Tallo: En su primer estrato es monopódico, posteriormente se ramifica, es robusto, con un promedio de longitud de 10 metros y diámetro de 50 a 90 cm. variando este parámetro con la edad. Está cubierta en gran parte por las hojas muertas lo que le confiere protección a su tallo.

f).- Fruto: Presenta forma oblonga, abayado; de unos 6 cm., de color verde amarillento; crece en forma de racimos lo que facilita su recolección.

3.2 COMPOSICION DEL FRUTO

El fruto de la Yucca llamado dátil, es, como se manifestó anteriormente de forma abayada, de éste, al ser procesado para su utilización como alimento se obtienen aproximadamente:

- 50% de pulpa o carnasa (mesocarpio del fruto),
- 25% de semilla,
- 25% de tamos.

a).- Pulpa: Esta fracción carnosa de sabor dulce, es rica en azúcares entre los que predominan D-glucosa y D-fructosa, alcanzando un 41% de azúcares reductores. El porcentaje de proteínas es escaso.

En estudios realizados (Meléndez, A.A. y Franco de la Cruz Néstor, 1975), se encontraron los siguientes componentes en carnaza.

TABLA 3.1 ANALISIS PROMEDIO DE LA PULPA DE DATIL DE LA PALMA CHINA (Yucca filifera) BASE SECA

* Proteína cruda.....	2.6%
* Extracto etéreo.....	1.0%
* Materia mineral.....	11.7%
* Fibra cruda.....	9.7%
* Extracto libre de nitrógeno.....	75.0%
* Calcio.....	1.1%
* Fósforo.....	0.9%

Fuente: YUCCA, Serie El Desierto, 1980.

b).-Semilla: Los frutos de Yucca filifera poseen gran cantidad de semillas negras, que en los extremos del dátil son pequeñas y redondas y conforme avanzan hacia el centro del fruto, son más grandes y aplanadas variando su tamaño de 3 a 11 mm.

Análisis en la semilla han reportado los siguientes datos:

*Contienen de un 20% a 35% de aceites fijos (Dominguez A.X., Quimiotaxonomía del Género Yucca, 1970), en cuya composición predomina notablemente:

Acido Linoleico.....	52-72%
Acido Oleico.....	20-30%
Acido Palmítico y Ac. Estéarico.....	8-9%

**De la semilla se obtiene además un 8.0% de una saponina blanca y cristalina que por hidrólisis proporciona una sustancia de tipo esteroideal llamada sarsapogenina, (Romo de Vivar, Camacho, Arraquin, 1974).

***Se ha encontrado (Cruse, R.R., 1959) que tanto las hojas como las semillas contienen proteínas, variando su contenido de acuerdo a la especie, y en las cuales se encuentran varios aminoácidos esenciales.

***En las semillas procedentes de frutos inmaduros se ha encontrado colesterol (Romo de Vivar, 1974), lo que indica la posible naturaleza precursora de esta sustancia en la formación de las saponinas esteroidales.

3.3 DISPONIBILIDAD DE MATERIA PRIMA

En nuestro país grandes extensiones catalogadas dentro de las zonas áridas y semiáridas, se encuentran pobladas por la Yucca filifera, siendo de importancia la superficie de los estados de Coahuila, Nuevo León, Zacatecas y San Luis Potosí; en donde esta planta prolifera en forma silvestre en un área representada por aproximadamente 1.5 millones de hectáreas, de las cuales sólo 836.940 son factibles de explotar de acuerdo a sus características como son:

- Densidad de individuos por hectárea.
- Frutos y rosetas a futuro y que pueden considerarse explotables.

Las mayores densidades de Yucca filifera se localizan en los municipios de Salinas Victoria, Nuevo León y Eudalcazar, San Luis Potosí; en donde existen áreas con más de 300 plantas/Ha.

Los inventarios del recurso silvestre de Yucca filifera, han demostrado que de este recurso se pueden recolectar entre 6000-8000 Tn. de semillas anuales, o sea de 25000 a 35000 Tn. de dátil. En años de buena cosecha esta cantidad puede ser mayor.

4 TRATAMIENTOS PREVIOS DE LA SEMILLA

4.1 LIMPIEZA DE LAS SEMILLAS

Las semillas oleaginosas, al llegar a las industrias, contienen sustancias extrañas, tales como:

- Tierra y barro,
- Piedras,
- Elementos metálicos,
- Cuerpos diversos (cuerdas, trapos, etc.)

Antes de que la semilla pase a ser procesada, todos estos elementos deben separarse, ya que pueden originar graves daños en las instalaciones de proceso.

La eliminación de tierra y piedras se realiza mediante aparatos que utilizan la acción conjunta de cribas y corriente de aire. La separación se realiza aprovechando la diferencia de densidad entre las semillas y los elementos extraños.

Los elementos metálicos se apartan haciendo pasar las semillas por separadores magnéticos, que pueden ser de dos tipos: imanes permanentes o de campo giratorio.

4.2 PRETRATAMIENTO Y ACONDICIONAMIENTO

4.2.1 TRITURACION DE LAS SEMILLAS

El pretratamiento al que las semillas oleaginosas deben ser sometidas antes del proceso de extracción de aceite, es un factor esencial para la obtención de altos rendimientos en aceite sin dañar las características físico-químicas y organolépticas del mismo.

El pretratamiento de las semillas se compone de tres operaciones fundamentales:

- A).- Trituración,
- B).- Calentamiento y
- C).- Acondicionamiento.

TRITURACION

Se ha demostrado que la extracción del aceite de una semilla oleaginosas, sea por el sistema de presión o por solvente, se realiza más rápidamente cuando la semilla ha sido sometida a una trituración o laminación previa.

Algunos estudios han demostrado que el aceite está contenido en una infinidad de células y la rotura de ellas se puede realizar sólo por una fuerte compresión sobre la semilla. Dichos estudios han confirmado que aún después de una fuerte trituración de las semillas existen todavía células que no se rompen, de ahí la dificultad de poder extraer la totalidad del aceite presente en la semilla.

Pruebas experimentales realizadas sobre semillas que se han sometido al proceso de extracción por solventes han demostrado que el paso del aceite de la semilla al solvente se realiza mucho más rápido cuanto más abiertas están las células.

Diversos investigadores han llegado a la conclusión de que la velocidad de extracción del aceite es inversamente proporcional al cuadrado del espesor de la lámina de la semilla. Estas consideraciones hacen pensar que para obtener una extracción completa del aceite es conveniente llevar la semilla a láminas de muy bajo espesor, lo que en la práctica es imposible, ya que dichas laminillas tienden a convertirse en polvo durante el proceso de extracción, dificultando el drenaje del solvente en la masa.

4.2.2 CALENTAMIENTO DE LAS SEMILLAS

El calentamiento previo de una semilla favorece el proceso posterior de extracción. La teoría que regula este fenómeno es:

1).-Las gotitas de aceite de dimensiones ultramicroscópicas, que están repartidas en la masa de la semilla, por efecto de la elevación de la temperatura, se unen entre sí para originar gotitas más grandes, que salen fácilmente de la masa de la semilla.

2).-El aceite está contenido en una semilla en estado de emulsión con las proteínas, siempre presentes en una semilla oleaginosa. El calentamiento origina la desnaturalización de las proteínas con la consiguiente rotura de la emulsión y, por lo tanto, la separación del aceite de la masa de la semilla.

El calentamiento de la semilla debe llevarse a cabo con cuidado y en equipos bien estudiados, ya que una fuerte elevación de la temperatura puede producir alteraciones físico-químicas u orgánolépticas que se reflejarán en la calidad del aceite.

4.2.3 ACONDICIONAMIENTO DE LAS SEMILLAS

Por acondicionamiento se denomina al proceso que se aplica a una semilla para lograr un índice de humedad y temperatura adecuados, para ser sometida al proceso de extracción del aceite.

Diversos estudios han establecido que una semilla oleaginosa con bajo contenido en agua, 1-2%, cede el aceite con mayor dificultad que cuando tiene una humedad mayor, 10% por ejemplo; este fenómeno se trata de explicar en base a lo siguiente:

La mayor facilidad de extracción se debe al hecho de que el calentamiento de una semilla, acompañado de una humidificación, da lugar a la formación de una película de agua que, envolviendo las partes superficiales de las partículas que componen la semilla, ayuda al proceso de difusión del aceite de la masa hacia la parte externa de la misma.

Otro factor que facilitaría la extracción del aceite de la masa con el calentamiento y humidificación sería el facilitar la rotura de una parte de las células.

Para confirmar lo dicho, se ha observado que si de una semilla se elimina completamente el agua, se verifica un fenómeno de impermeabilización de la película que retiene el aceite haciendo muy difícil la extracción.

Cada tipo de semilla tiene su óptimo de humedad y éste debe ser conocido, si se pretende obtener buenos resultados en la extracción. De todo lo anterior se confirma la importancia de la preparación y el acondicionamiento de las semillas antes de la extracción para la obtención de óptimos resultados en el procesamiento de la misma.

5 DESCRIPCION DE LOS PROCESOS DE EXTRACCION

5.1 LA EXTRACCION POR SOLVENTES

5.1.1 TEORIA DE EXTRACCION

La extracción del aceite de una semilla oleaginosa por medio de solventes, es un procedimiento que se usa en la casi totalidad de las plantas que trabajan estos productos, por ello, es necesario hacer mención acerca de las leyes teóricas que regulan el paso de una sustancia grasa, contenida en las semillas, al solvente con el que se ponen en contacto.

Cabe aclarar que tanto los estudios efectuados en este sentido así como las ecuaciones dadas para explicar los mecanismos de la extracción, han dado sólo datos teóricos que distan mucho de la realidad.

La ecuación que más se acerca a la velocidad real de difusión de la sustancia grasa de las semillas al solvente es la siguiente (FAN y colaboradores).

$$\log \frac{Q}{Q_0} = 0.0911 - 4.286 \frac{D}{L^2} t$$

en donde:

- Q = cantidad de aceite por unidad de peso después de la extracción.
- Q₀ = cantidad de aceite por unidad de peso antes de la extracción.
- D = constante de difusión a una temperatura dada.
- L = espesor de las láminas.
- t = tiempo de extracción.

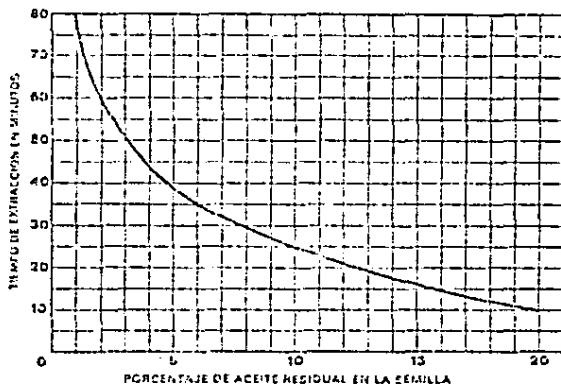
Al calcular los valores que toma D al variar el tiempo de extracción se observa que este valor no es constante. Esto se explica por el hecho de que, durante el tiempo de contacto de las semillas y el solvente, tienen lugar simultáneamente dos procesos de extracción, de los cuales uno es más rápido que el otro.

Se ha verificado que la mayor parte del aceite fácilmente extraíble proviene de las células que se rompen durante los procesos de trituración, cocción, presión o laminado; mientras que la fracción más difícil de extraer proviene de las células enteras o rotas parcialmente.

Por consiguiente, se pueden distinguir dos procesos de extracción llamados: "extracción por solución", aceite obtenido de las células rotas, y "extracción por difusión", que extrae el aceite de las células enteras. De esta distinción se intuye fácilmente por qué el coeficiente D varía sensiblemente con el tiempo de extracción y para cada tipo de semilla.

Investigaciones experimentales (Dr. M. Bernardini), han confirmado que el tiempo de extracción, en función de la cantidad de aceite extraído, es casi lineal, hasta llegar a un contenido residual en las semillas de alrededor de 5%; a partir de dicho valor la función varía, generalmente, tal como lo muestra la gráfica siguiente:

FIG. 5.1 RELACION ENTRE EL TIEMPO DE EXTRACCIÓN Y EL ACEITE RESIDUAL EN LA SEMILLA.



Fuente: TECNOLOGIA DE ACEITES Y GRASAS, Bernardini E., 1991.

A parte del coeficiente de difusión, otros importantes factores relacionados directamente con el solvente, tienen influencia en el complejo proceso de extracción y son: tiempo de extracción, cantidad de solvente, temperatura del solvente y tipo de solvente empleado.

Los datos experimentales así como la deducción de las conclusiones que a continuación se mencionarán, fueron tomadas de estudios realizados en la Universidad de Roma y en el Centro de Estudios e Investigación de C.M.R. de Pomezia (Roma), en torno a la influencia de los factores antes mencionados.

5.1.2 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA EXTRACCION

TIEMPO DE EXTRACCION

Ensayos realizados con el fin de establecer la influencia de este factor en la extracción de aceite con hexano sobre cantidades iguales de semilla, a las mismas condiciones de temperatura y variando el tiempo de extracción y cantidad de solvente, tabla 5.2, permitieron deducir las siguientes conclusiones que están además confirmadas por la práctica industrial.

a).- El tiempo de extracción tiene una importancia fundamental sobre la cantidad de aceite extraído de una semilla.

b).- La mayor parte del aceite se extrae en los primeros treinta minutos de la extracción.

c).- Para poder dejar la harina con un aceite residual inferior al 1% se requiere un tiempo muy largo.

d).- Cada semilla se comporta de manera diferente durante el proceso de extracción.

CANTIDAD DE SOLVENTE

Para obtener conclusiones con respecto a la influencia que la cantidad de solvente tiene en la extracción, se mantuvieron constantes tiempo y temperatura de extracción, obteniéndose:

a).-A igualdad de tiempo y temperatura, la cantidad de solvente tiene una gran influencia en la extracción hasta llegar a una relación (peso-volumen) semilla-solvente de 1:10. A partir de esta relación el rendimiento aumenta muy poco.

b).-La cantidad de solvente necesaria para bajar el contenido de aceite en la harina al mismo valor es diferente, según el tipo de semilla.

c).-Las semillas de fibra leñosa, como las de uva y orujo de aceituna requieren mayor cantidad de solvente de lavado para obtener los mismos rendimientos de extracción.

TABLA 5.2 INFLUENCIA DEL TIEMPO EN LA EXTRACCIÓN DE ACEITE CON HEXANO

<i>Tiempo de extracción, 30 min</i>	<i>Contenido en aceite, g</i>	<i>Aceite residual después de la extracción, g</i>	<i>Cantidad de solvente, cm³</i>
Soja laminada.....	19,69	1,27	930
Turtó de cacahuete.....	12,60	1,07	930
Turtó de girasol.....	11,90	1,40	930
Turtó de colza.....	14,55	2,65	930
Pepita de uva laminada.....	15,75	3,77	930
Orujo de aceituna.....	6,21	2,78	930

<i>Tiempo de extracción, 60 min</i>	<i>Contenido en aceite, g</i>	<i>Aceite residual después de la extracción, g</i>	<i>Cantidad de solvente, cm³</i>
Soja laminada.....	19,69	0,96	1 860
Turtó de cacahuete.....	12,60	0,48	1 860
Turtó de girasol.....	11,90	0,74	1 860
Turtó de colza.....	14,55	1,36	1 860
Pepita de uva laminada.....	15,75	2,08	1 860
Orujo de aceituna.....	6,21	1,98	1 860

<i>Tiempo de extracción, 120 min</i>	<i>Contenido en aceite, g</i>	<i>Aceite residual después de la extracción, g</i>	<i>Cantidad de solvente, cm³</i>
Soja laminada.....	19,69	0,35	3 720
Turtó de cacahuete.....	12,60	0,26	3 720
Turtó de girasol.....	11,90	0,42	3 720
Turtó de colza.....	14,55	0,72	3 720
Pepita de uva laminada.....	15,75	0,90	3 720
Orujo de aceituna.....	6,21	0,94	3 720

Fuente: ACEITES Y GRASAS VEGETALES, Bernardini E., 1981.

TEMPERATURA DEL SOLVENTE

Otra serie de pruebas fueron realizadas para ver la influencia que la temperatura del solvente tenía en el rendimiento de la extracción.

Se observó que el aumento de la temperatura del solvente favorece la extracción del aceite, pero en ciertos casos al sobrepasar cierto límite de temperatura se produce una disminución en el poder extractivo del solvente para ciertas semillas.

TIPOS DE SOLVENTE

Los solventes más utilizados son:

- Hexano comercial
- Benceno
- Tricloroetileno
- Sulfuro de carbono.

Para observar el poder extractivo de estos cuatro solventes se realizaron ensayos que dieron los siguientes resultados (ACEITES Y GRASAS VEGETALES, Bernardini E., 1981):

TABLA 5.3

Tiempo de extracción, 4 h	Contenido en aceite, %	Aceite residual, g			
		Hexano	Benceno	Sulfuro de carbono	Tricloro- etileno
Soja laminada.....	19,69	0,40	0,41	0,32	0,13
Turtó de cacahuete.....	12,60	0,35	0,32	0,27	0,20
Turtó de girasol.....	11,90	0,51	0,58	0,47	0,31
Turtó de colza.....	14,55	0,78	0,72	0,51	0,27
Pepita de uva laminada.....	15,75	0,64	0,70	0,53	0,31
Orujo de aceituna.....	6,21	0,97	0,92	0,68	0,38

De los solventes expuestos anteriormente:

1).-El hexano y benceno tienen prácticamente el mismo poder solvente.

2).-El sulfuro de carbono tiene un poder solvente mayor que hexano y benceno.

3).-El tricloroetileno tiene un poder solvente casi el doble que el hexano y benceno.

Para hacer una elección acertada en cuanto al tipo de solvente a emplear, se deben tener en cuenta ciertos factores de calidad del aceite extraído, factores físicos del solvente y factores químicos.

De los datos expuestos anteriormente parece que el tricloroetileno sería el mejor solvente para la extracción de aceite de las semillas oleaginosas, sin embargo, en muchos estudios se ha demostrado que el mayor poder solvente va acompañado siempre de un empobrecimiento en la calidad de los aceites extraídos ya que contienen compuestos no deseables tales como fosfátidos, oxiácidos, etc.

Dado que hoy casi todos los aceites vegetales van destinados a la alimentación humana, se exige que el producto sea lo más puro posible, debiéndose hacer por lo tanto la elección más adecuada para la obtención de aceites de mayor calidad, recayendo ésta en el hexano o benceno; que son de hecho los solventes más utilizados en todo el mundo.

CARACTERISTICAS FISICAS DE LOS SOLVENTES

La siguiente tabla muestra algunas características físicas de los solventes más empleados y que deben tenerse en cuenta (ACEITES Y GRASAS VEGETALES, Bernardini E., 1981).

TABLA 5.4

Tipo de solvente	Peso específico a 15°C	Calor latente de vaporización por litro	Calor específico por litro	Punto ebullición, °C	Límite explosión, vol.
Hexano.....	0,680	54	0,356	68,60	2,4-4,8
Benceno.....	0,700	56	0,260	60-70	2,5-4,8
Sulfuro de carbono...	1,292	112	0,310	46,26	1,7-2,3
Tricloroetileno.....	1,469	84	0,327	87	—

Dado que la extracción por solventes es una operación que tiene lugar en forma volumétrica, se obtienen las siguientes conclusiones:

*El benceno y el hexano tienen un calor latente de vaporización mucho más bajo que el sulfuro de carbono y que el tricloroetileno ;

**El sulfuro de carbono tiene una temperatura de ebullición demasiado baja y una tensión de vapor a 20 °C demasiado alta;

***El tricloroetileno, por tener una tensión de vapor baja a 20°C, tiene una temperatura de ebullición demasiado alta.

FACTORES QUIMICOS

Los factores químicos que hacen preferible la elección de hexano y benceno sobre el sulfuro de carbono y el tricloroetileno son fundamentalmente la acción corrosiva de éstos últimos, y de sus vapores, sobre los materiales férricos con los que están en contacto.

El sulfuro de carbono produce con el tiempo, compuestos sulfurados y el tricloroetileno vapores clorados. Desde el punto de vista de la toxicidad, el sulfuro de carbono es el más peligroso, porque son suficientes 32 gr./m³ para producir un ambiente intolerable.

De todas las anteriores consideraciones por respecto a los cuatro solventes mencionados se puede concluir:

1).-Los solventes más aptos para la extracción de aceite de una semilla oleaginosas son el hexano y el benceno.

2).-El sulfuro de carbono se debe descartar, dado su peligrosidad.

3).-El tricloroetileno podría utilizarse solamente en los casos en que es absolutamente necesario utilizar productos no inflamables y cuando la calidad del aceite no es de primordial importancia.

Además de los solventes mencionados con anterioridad existen otros que se utilizan en casos especiales, tales como el éter de petróleo, la acetona, el dicloroetileno, etc.

5.1.3 METODOS DE EXTRACCION POR SOLVENTES

PROCESOS DE EXTRACCION POR PERCOLACION E INMERSION

La extracción del aceite de una semilla oleaginosa por medio de lavado de solventes se puede realizar de tres maneras:

- A) Por percolación.
- B) Por inmersión.
- C) Por procedimiento mixto percolación-inmersión.

El procedimiento de percolación se lleva a cabo mediante una lluvia del solvente de tal manera que llegue a toda la masa, pero sin llenar todos los espacios vacíos existentes entre las semillas. En otras palabras, se realiza una verdadera percolación cuando el solvente envuelve todas las partículas de la semilla con una película de líquido en continuo recambio.

El procedimiento de inmersión se realiza, por el contrario, cuando la masa de la semilla va inmersa completamente en el solvente, incluso si éste está en movimiento.

De lo anterior:

1.- En el procedimiento de percolación, la velocidad del solvente en contacto con la superficie de la semilla es grande, ya que el film o película de líquido escurre velozmente sobre las partículas por efecto de la fuerza de gravedad;

2.- En el proceso por inmersión, al encontrarse la semilla inmersa en el solvente, la velocidad de recambio del solvente sobre la superficie de las partículas es necesariamente lenta, incluso si circula rápidamente;

3.- Para poder realizar el proceso por percolación es necesario que las partículas de la semilla tengan un tamaño que permita un fácil drenaje del solvente a través de la masa;

4.- El proceso de inmersión puede realizarse fácilmente aunque la semilla haya sido reducida a partículas de pequeños tamaños;

5.- En ambos procesos, el lavado de las semillas se debe realizar en contracorriente, es decir, la semilla más pobre en aceite se debe poner en contacto con el solvente de menor concentración en aceite.

El proceso de extracción por percolación es adecuado para tratar semillas oleaginosas que han sido bien preparadas, con bajos porcentajes de finos; mientras el procedimiento por inmersión tendrá éxito en los casos en que la semilla oleaginosa se presenta en pequeñas partículas y con altos porcentajes de finos.

Parece que el dilema entre uno u otro procedimiento está resuelto en el aparato Soxhlet, donde se realiza una extracción mixta percolación-inmersión con resultados muy buenos, y tanto es así que este aparato se utiliza en la determinación analítica del contenido en aceite de una sustancia grasa.

5.2 LA EXTRACCION CON FLUIDOS SUPERCRITICOS

5.2.1 INTRODUCCION

Millones de toneladas de aceite son destinadas cada año para uso doméstico, durante mucho tiempo el hexano había sido considerado el mejor solvente en la extracción de este aceite.

Recientemente factores económicos y sociales han despertado interés por parte del sector industrial para investigar en torno a la utilización de otros solventes baratos y seguros, como posibles alternativas en la extracción de aceites vegetales basándose en las propiedades físicas y químicas de los solventes así como en los efectos de éstos en la extracción del aceite.

Los más promisorios sistemas estudiados hasta hoy están basados en el uso de agua, alcoholes, cetonas, halocarbonos, y gases licuados y en estado supercrítico como solventes. De estas alternativas, la tecnología de fluidos en estado supercrítico ¹ ha atraído recientemente la mayor atención.

Aunque las propiedades de los "fluidos supercríticos" han sido descritas desde hace más de cien años por Hannay y Hogarth, a partir de la década de los setentas el interés en la extracción con fluidos en estado supercríticos (EFES), ha ganado un nuevo impulso cuando Zosel en 1978, así como otros investigadores de varias partes del mundo utilizaron la EFES para patentar su uso en la decafeinación de granos de café.

Desde entonces, este tipo de extracción ha presentado un marcado desarrollo en cuanto a sus aplicaciones potenciales en una amplia gama de procesos, principalmente en la industria alimenticia.

La siguiente tabla (Tomada de Rizvi et al., 1986 B.), muestra algunas de las principales aplicaciones supercríticas en la industria de alimentos.

¹ NOTA: Por motivos de simplificación de términos, la terminología de "fluidos en estado supercrítico", en lo sucesivo se referirá a "fluidos supercríticos".

TABLA 5.3 PROCESOS SUPERCRITICOS APLICADOS EN ALIMENTOS

PROCESO	MATERIA PRIMA	REFERENCIA.
Decafeinación	Café Té	Zosel (1981) Brunner et al (1981)
Deodorización	Aceites Vegetales Grasas y Ac Animales Levadura de Cerveza	Zosel (1979) Zosel (1979) Eisenbach (1980)
Recuperación de Aromas	Espicias Lúpulo de Cerveza Tabaco	Vitzthum y Hubert (1980) Vollbrecht (1982) Hobert y Vitzthum (1978)
	Café Manzanas	Roselius et al (1982) Schultz et al (1982)
Recuperación de Aceites	Frijol de Soya Cacahuates Girasol Colza Germen de maiz Coco Cacao Limón Olivas	Friedrich y List.. (1982) Stahl (1978) Eggers y Tschirsh (1978) Eggers y Tschirsh (1978) Christianson et al (1982) Stahl (1978) Irani y Funk (1977) Anon (1984) Zosel (1982)
Refinación de Aceites	Remoción de ác. grasos Hidrogenación Separación	Maddocks y Gibson (1977) Kernshaw (1977) Gangoli y Thodas (1977)
Fraccionación	A. de hígado de bacalao Esteres de ác. grasos Mezclas de glicéridos	Zosel (1970) Peter y Brunger (1978) Panzer (1979)

5.2.2 GENERALIDADES SOBRE EL PROCESO

Técnicamente, un gas puro se define en estado supercrítico cuando sus condiciones de temperatura y presión son iguales o superiores a la temperatura y presión crítica del gas (fig. 5.7)

La temperatura crítica (T_c), es aquella por encima de la cual el gas no puede ser licuado por más que se aumente la presión, arriba de su T_c un gas aumenta considerablemente su densidad.

En el punto crítico (T_c y P_c) la densidad de la fase líquida y gaseosa es la misma.

La extracción con fluidos en estado supercrítico EFES, aprovecha la propiedades que como solventes presentan algunas sustancias al encontrarse en condiciones de presión y temperatura superiores a la de su punto crítico, para extraer componentes solubles de una mezcla.

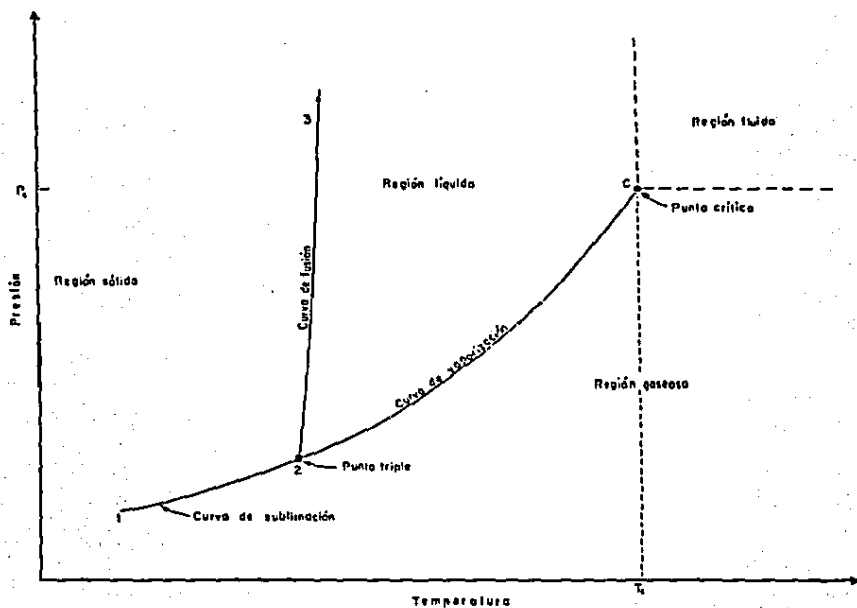
Arriba de sus valores críticos de presión y temperatura, una sustancia no podrá licuarse por más presión que se le aplique. En esta región, denominada región fluida o supercrítica, las sustancias adquieren propiedades intermedias entre las de los gases y las de los líquidos. La densidad del "fluido supercrítico" es similar a la de los líquidos, mientras que su viscosidad es parecida a la de un gas y su difusividad tiene valores intermedios entre los líquidos y los gases.

TABLA 5.6 PROPIEDADES FISICAS TÍPICAS ASOCIADAS CON LOS DIFERENTES ESTADOS FLUIDOS

ESTADO DEL FLUIDO	DENSIDAD (g/cm ³)	DIFUSIVIDAD (cm ² /s)	VISCOSIDAD (g/cm.s)
GAS P=1 atm, T=15-30°C	(0.6-2)E-3	0.1-0.4	(1-3)E-4
LIQUIDO P=1 ATM, T=15-30°C	0.4-1.6	(0.2-2)E-5	(0.2-3)E-2
SUPERCRITICO P=P _c , T=T _c P=4P _c , T=T _c	0.2-0.5 0.4-0.9	0.7 E-3 0.2 E-3	(1-3)E-4 (3-9)E-4

Fuente: Rizvi et al., 1986.

FIG.5.7 DIAGRAMA PRESION TEMPERATURA PARA UNA SUSTANCIA PURA



Esta densidad relativamente elevada, da al "fluido supercrítico" un buen poder como solvente; mientras que su viscosidad relativamente baja y sus valores de difusividad hacen que penetre más fácilmente en matrices sólidas. La combinación de estas propiedades elevan la velocidad de transferencia de masa de los solutos hacia el fluido supercrítico en comparación con los solventes líquidos.

PRINCIPIO DE LA EXTRACCION SUPERCRITICA

El diagrama representado en la figura 5.8, muestra de una manera simplificada el principio básico de una extracción usando "fluidos supercríticos"

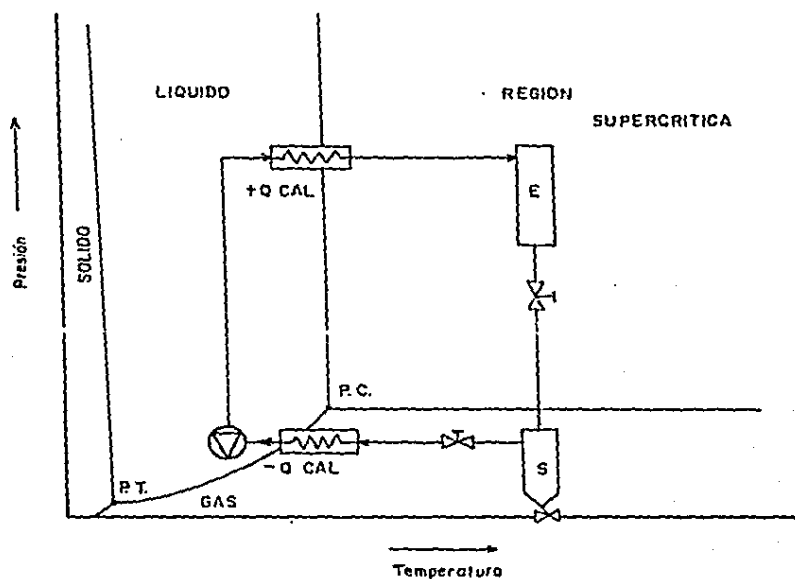
En este proceso, un gas es comprimido hasta la presión deseada superior a su presión crítica y posteriormente es calentado para llevarlo a la región supercrítica; el gas "supercrítico" se hace pasar a través de un extractor que contiene el material problema y en donde se realizará la extracción.

Una vez que el "fluido supercrítico" (solvente) ha solubilizado los componentes de interés, la presión se reduce a un valor ligeramente inferior al crítico mientras la temperatura se mantiene arriba de su valor crítico.

De esta manera el fluido pierde sus propiedades de solvente y "libera" los compuestos disueltos en él. El producto oleoso, en el caso de extracción de aceites, es recuperado por simple evaporación del gas a condiciones ambientales. El gas puede ser reutilizado o bien desechado del sistema.

Dependiendo de las particulares características de solubilidad de los gases, combinaciones variadas de presión y temperatura pueden producir diferencias significativas en los efectos de extracción y separación.

Fig. 5.8 PRINCIPIO BASICO DE LA EXTRACCION SUPERCRITICA



Fuente: PELLERIN (1986)

5.2.3 LOS SOLVENTES SUPERCRTICOS

En la elección del solvente "supercrítico" adecuado descansa gran parte del éxito del proceso de EFES. Hasta ahora varias sustancias han sido empleadas como solventes "supercríticos" en la extracción de productos naturales: óxido nítrico, CO₂; algunos compuestos orgánicos como etano, propano y butano, así como algunos hidrocarburos halogenados como clorotrifluorometano, etc.

La tabla 5.9 muestra la temperatura, presión, así como la densidad crítica para algunos solventes (Tomada de Rizvi et al; 1986 a).

TABLA 5.9

PROPIEDADES CRITICAS PARA ALGUNOS SOLVENTES SUPERCRTICOS

SUSTANCIA	Tc (°K)	Pc (Bar)	DENSIDAD CRITICA (g/cm ³)
Metano	190.6	46.0	0.162
Etileno	282.4	50.3	0.218
Clorotrifluoro metano.	302.0	39.2	0.579
Dióxido de C.	304.2	73.8	0.468
Etano	305.4	48.8	0.203
Propileno	365.0	46.2	0.233
Propano	369.8	42.4	0.217
Amoniaco	405.6	113.0	0.235
Eter dietílico	467.7	36.4	0.265
N-pentano	469.6	33.7	0.237
Acetona	508.1	47.0	0.278
Metanol	512.6	80.9	0.272
Benceno	562.1	48.9	0.302
Tolueno	591.7	41.4	0.292
Piridina	620.0	56.3	0.312
Agua	647.3	220.0	0.322
Xenón	289.7	58.4	1.113

Estas sustancias cubren un amplio rango de temperaturas críticas, peso molecular y polaridad; sin embargo, en la elección del solvente para procesos de extracción de productos relacionados con alimentos y/o biomateriales es necesario considerar los siguientes aspectos:

Por principio, el solvente debe mostrar afinidad por los compuestos a extraer para poder solubilizarlos; el solvente debe ser inerte con respecto a los materiales con los que estará en contacto, con respecto al cuerpo humano y con respecto a sí mismo, todo esto a las condiciones de extracción.

Por otra parte, el solvente deberá tener valores de temperatura y presión crítica relativamente moderados. El solvente elegido debe ser barato, no tóxico, no inflamable y fácil de conseguir en altos grados de pureza.

De las sustancias anteriormente mencionadas, el dióxido de carbono ha sido el más extensamente estudiado y parece ser el solvente ideal para extracción de productos alimenticios.

Algunas de las razones por las cuales el CO₂ es preferido sobre otros solventes no polares se dan a continuación:

- * CO₂ no es tóxico
- * No es inflamable
- * Es económico
- * Fácilmente disponible
- * No es explosivo
- * Tiene propiedades de solvente en un amplio rango a diferente presión y temperatura
- * Tiene una baja viscosidad y una alta difusividad
- * No contribuye al proceso de contaminación ambiental
- * El CO₂ puede ser separado fácilmente de cualquier soluto, debido a su extrema volatilidad.

EL DIOXIDO DE CARBONO COMO SOLVENTE

Son pocos los datos disponibles en la literatura para la solubilidad de compuestos orgánicos en dióxido de carbono "supercrítico", por lo que la solubilidad de varios tipos de estructuras orgánicas en dióxido de carbono líquido se usan como referencia. De acuerdo a lo anterior se asume que:

- * Los materiales con pesos moleculares superiores a 500 daltons tienen una solubilidad limitada.
- * Los hidrocarburos halogenados, aldehídos, cetonas, ésteres, alcoholes y éteres de bajo peso molecular son muy solubles.
- * Los compuestos orgánicos polares, tales como los ácidos carboxílicos, son solubles si su peso molecular es muy bajo. Amidas y ureas presentan una solubilidad pobre.
- * Los Ácidos grasos y sus triglicéridos muestran baja solubilidad; sin embargo, si ésta aumenta considerablemente se verifica la monoesterificación de los Ácidos.
- * La adición de grupos polares (hidroxilos, carboxilos) o nitrógeno, generalmente disminuye la solubilidad del compuesto original.
- * Dentro de una serie homóloga, la solubilidad disminuye con el incremento del peso molecular.

- * Los alcaloides, fenoles y muchas anilinas son muy poco solubles.
- * La clorofila, los carotenoides, aminoácidos y muchas sales inorgánicas son insolubles.

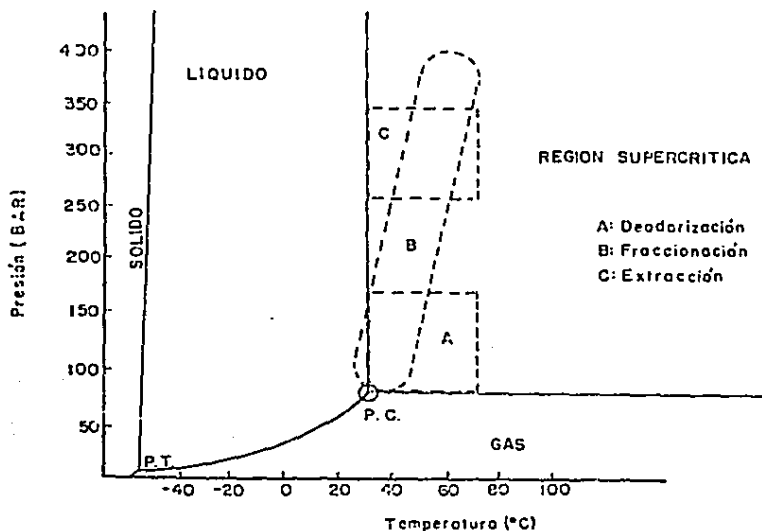
En general, la solubilidad de los compuestos en un fluido puede incrementarse por el uso de una mezcla de solventes o por adición de una sustancia llamada a menudo "acarreador".

Para el dióxido de carbono, se han identificado tres regiones de operación en las cuales la extracción supercrítica presenta aplicaciones de tipo práctico, éstas son la región de deodorización, la de fraccionamiento y la extracción total.

La figura siguiente muestra los rangos aproximados de temperatura y presión correspondientes a cada una de las regiones antes mencionadas (Rizvi et al., 1986 b).

FIG.5.10

REGIONES DE OPERACIÓN PARA EXTRACCIONES SUPERCRÍTICAS



En la deodorización, la región más cercana al punto crítico, se extraen los componentes más volátiles y solubles, los cuales están generalmente asociados con las características odoríferas de un material.

Mediante la variación de las condiciones de extracción, es posible lograr una separación selectiva, hasta cierto punto, de varios componentes de una mezcla; esto basado en el hecho de que al variar la presión y la temperatura de extracción, se varía la solubilidad de las sustancias en el dióxido de carbono "supercrítico". En la región de fraccionamiento se aprovechan estas ventajas para fraccionar una mezcla.

Operando en la región de extracción total, se logra la extracción de la totalidad de los compuestos solubles en el dióxido de carbono "supercrítico" debido a que a mayor presión, el poder de solubilización del dióxido de carbono se incrementa.

CARACTERISTICAS DE LOS ACEITES EXTRAIDOS CON CO2 SUPERCRITICO

Los estudios realizados hasta ahora en relación a la extracción de aceites vegetales con CO2 "supercrítico" permiten hacer comparaciones sobre algunas características que acompañan a estos aceites en relación a aquellos extraídos con hexano:

a).- La composición de Ácidos grasos de aceites extraídos con CO2 "supercrítico" es casi idéntica a la de los aceites extraídos con hexano.

b).- El contenido y composición de vitaminas en aceites extraídos con CO2 "supercrítico" es similar a la de la extracción con hexano.

c).- El tratamiento de varias semillas oleaginosas con CO2 "supercrítico" no altera la composición de las propiedades generales de sus proteínas (trabajando a 300 bar y 40°C).

d).- Los aceites obtenidos con CO2 "supercrítico", están virtualmente libres de fosfolípidos y glucolípidos, mientras que aquellos obtenidos por los procesos convencionales con hexano contienen entre 1 y 3 por ciento de estos lípidos polares. Por esta razón, se deduce que estos aceites no necesitan desgomado.

En general el empleo de la técnica de extracción con fluidos en estado supercrítico presenta al menos desde el aspecto teórico, algunas ventajas con respecto a la extracción con solventes líquidos; entre ellas se pueden citar:

- 1.- Debido a sus propiedades de transporte, los solutos se difunden más rápidamente a través de un solvente "supercrítico" que a través de un solvente líquido.

2.- La EFES ofrece mejores relaciones de equilibrio soluto-solvente así como mejores factores de separación.

3.- El solvente "supercrítico" puede separarse fácilmente mediante reducción de la presión, lo que ofrece la posibilidad de ahorros significativos de energía.

4.- La EFES permite mediante la variación de la presión y temperatura de operación, modificar el poder de disolución del solvente, lo cual le puede dar al proceso cierto grado de selectividad.

5.- Mediante esta técnica es posible realizar la separación de compuestos termolábiles a temperaturas relativamente moderadas.

En contraste, a pesar de la gran potencialidad de los procesos "supercríticos", hay ciertos problemas que se presentan como obstáculos para el desarrollo de su amplia comercialización, estos problemas son tanto técnicos como comerciales:

1.- Los conocimientos científicos sobre el proceso "supercrítico" son relativamente nuevos y limitados, por ello, toda posible aplicación del proceso debe ser objeto de un intenso trabajo de investigación previa, para poder evaluar y optimizar la posibilidad de su empleo a nivel comercial.

2.- La EFES es un proceso que presenta grandes problemas para su implementación en régimen continuo debido a las altas presiones utilizadas, así como por el manejo de los sólidos involucrados en el proceso.

3.- El diseño y construcción del equipo requiere de consideraciones especiales en cuanto a las especificaciones de seguridad.

4.- El mayor problema comercial es el relacionado con la elevada inversión inicial, aún para procesos relativamente sencillos.

5.2.4 EL FUTURO DE LA EXTRACCIÓN SUPERCRÍTICA

Existen todavía algunas dudas sobre si el uso de "fluidos supercríticos" será competitivo con los métodos tradicionales de procesamiento de aceites vegetales. En un futuro cercano, el empleo de CO₂ "supercrítico" y otros "gases densos" probablemente se limitará a aplicaciones especiales, tales como fraccionamiento de lípidos específicos o separación de lecitina.

El rango de aplicabilidad de gases licuados y "fluidos supercríticos" en la extracción y fraccionamiento de lípidos necesita ser explorada más a fondo para el desarrollo y

mejoramiento de procesos industriales utilizando estos solventes, por ello, hoy en día la EFES sigue siendo motivo de estudio de varios grupos de investigadores en diferentes países, que enfocan sus esfuerzos a lograr el mayor entendimiento del proceso mediante el desarrollo de modelos que permitan su predicción y simulación.

Por otra parte, se mantiene activa la investigación sobre posibles nuevas aplicaciones de esta técnica así como de sus posibles variantes para aplicaciones ya conocidas.

6 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO DE REFINACIÓN DE ACEITES

6.1 DESGOMADO

Todos los aceites de semillas oleaginosas contienen, además de los glicéridos y de los ácidos grasos, sustancias que deben ser eliminadas. Estas sustancias se pueden agrupar en :

- Impurezas sólidas.
- Mucilagos, fosfátidos, hidratos de carbono, peróxidos, etc.
- Impurezas volátiles (solventes).

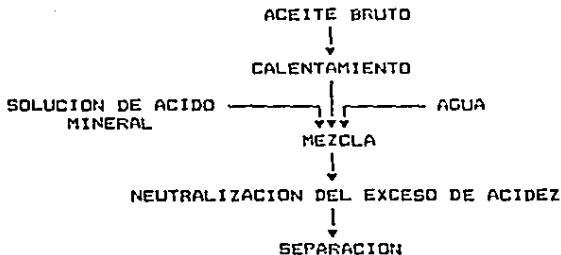
Estas impurezas deben ser extraídas, dado que su presencia origina muchos inconvenientes durante el almacenamiento, refinación y conservación de los aceites.

Industrialmente a esta operación se le llama «desgomado» y se efectúa inmediatamente antes de la neutralización.

Se ha observado que los fosfátidos, proteínas y otras impurezas se encuentran en los aceites vegetales en estado de disolución coloidal y de emulsión estables solamente cuando los aceites están en estado anhidro. Si al aceite se le añade agua, aunque sea en pequeña cantidad, dichas sustancias se esponjan y precipitan bajo forma de copos de peso específico más alto que el aceite. El proceso de precipitación se favorece con la elevación de la temperatura.

El proceso industrial para la eliminación de las impurezas en los aceites se basa en dicho principio. Estudios recientes han demostrado, que el desgomado de los aceites se realiza muy bien con equipos de funcionamiento continuo, usando como medio floculante agua hirviendo y soluciones de ácido fosfórico, oxálico, cítrico, etc., en pequeñísimas cantidades. La operación de desgomado se efectúa de acuerdo al siguiente esquema:

FIG.6.1 ESQUEMA DE DESGOMADO DE ACEITE BRUTO



El agua se puede añadir al aceite en forma líquida o de vapor, normalmente se utiliza agua líquida por ser de más fácil dosificación.

La operación de desgomado se efectúa generalmente a 65-75°C. Temperaturas más altas o más bajas no son convenientes porque a baja temperatura la viscosidad del aceite es demasiado elevada, mientras que a temperatura superior a 75°C el desgomado será incompleto por el aumento de la solubilidad de las gomas.

La eliminación de los fosfátidos del aceite debe realizarse con la mayor intensidad porque bastan muy pequeños porcentajes de esta impureza en el aceite refinado para hacerlo inestable.

6.2 NEUTRALIZACION

6.2.1 GENERALIDADES DEL PROCESO

Los aceites y grasas no están constituidos solamente de glicéridos ya que contienen siempre, en porcentajes más o menos elevados, Ácidos grasos en estado libre. Este porcentaje representa el grado de acidez de un aceite.

La formación de Ácidos grasos libres en un aceite se debe en general a fenómenos de fermentación. Ciertas enzimas, en determinadas condiciones de temperatura, desdoblan los glicéridos en glicerina y Ácidos grasos y mientras la glicerina se descompone, los Ácidos grasos libres quedan en solución en el aceite aumentando su grado de acidez. Dado que una condición indispensable para que se produzca el fenómeno enzimático es la presencia de agua, uno de los sistemas más eficaces para evitar esto es el de eliminar tanto cuanto sea posible el agua que contiene la materia prima.

El aumento de acidez ha de evitarse hasta donde sea posible porque los Ácidos grasos libres son la causa de graves pérdidas de aceite neutro:

* Primeramente porque los glicéridos que se desdoblan dan origen a Ácidos grasos que deben ser eliminados en la fase de neutralización ;

** Segundo porque durante la fase de neutralización un cierto porcentaje de aceite neutro se pierde en los productos de neutralización, ya sean pastas jabonosas (soap-stocks), Ácidos grasos destilados, insaponificables, etc.

El término "neutralizado" o "refinado" de aceites se refiere a los tratamientos de purificación de éstos con el objeto de eliminar básicamente Ácidos grasos libres, así como fosfátidos y monoacilglicéridos que permanecen como impurezas después del desgomado.

La eliminación de los ácidos grasos libres presentes en el aceite es la fase más difícil y delicada del proceso de refinación de aceites y grasas, ya que en esta fase se pueden producir las pérdidas más altas de aceite neutro y se puede comprometer la calidad final del producto refinado.

La eliminación de los ácidos grasos se puede hacer mediante una acción física o una acción química.

4.2.2 NEUTRALIZACION QUIMICA

La neutralización de los aceites y grasas se efectúa generalmente saponificando los ácidos grasos libres con una solución de hidróxido sódico y separando, por medios físicos (decantación, centrifugación) los jabones insolubles precipitados en los aceites, y que tienen un peso específico superior al del líquido en que se encuentra en suspensión.

La reacción química de la saponificación es:



Y al ser ésta una reacción reversible, son las condiciones de presión y temperatura las que determinan la dirección de la misma, además está influenciada fuertemente por otros factores, entre los que destacan:

- La pureza de aceites y grasas
- Temperatura
- Concentración de la solución alcalina
- Tiempo de saponificación

Trabajando según el procedimiento clásico con solución de hidróxido sódico, industrialmente la operación de neutralización puede realizarse según tres sistemas:

- Neutralización discontinua
- Neutralización semicontinua
- Neutralización continua

NEUTRALIZACION DISCONTINUA

Es el sistema más antiguo para la neutralización de los aceites y grasas y se desarrolla de acuerdo al siguiente ciclo:

a).-Se efectúa la carga de aceite teniendo cuidado de dejar suficiente volumen libre para adicionar las soluciones de hidróxido sódico y eventualmente reactivos auxiliares para facilitar la floculación de los jabones.

b).-Se calienta el aceite a 50-60 °C, agitándolo al mismo tiempo.

c).-Se adiciona la cantidad estequiométrica de hidróxido sódico, en solución al 5-10 por ciento, manteniendo siempre el aceite en agitación y elevando la temperatura a 70-80 °C.

d).-Se espera que los copos de jabón hayan floculado adecuadamente parándose entonces la agitación y se deja decantar durante cinco o seis horas.

e).-Terminada la decantación se descarga primero la pasta, que se encuentra en el fondo del aparato y después el aceite neutro.

Normalmente en la neutralización discontinua del aceite se usa solución de hidróxido sódico a unos 20 °Bé y solamente en casos particulares se utilizan concentraciones más altas o más bajas.

NEUTRALIZACION SEMICONTINUA

Este proceso evita pérdidas de tiempo al separar de las pastas jabonosas el aceite neutro mediante centrifugación. Se trabaja de la siguiente manera:

a).-Calentamiento del aceite a 60-70 °C.

b).-Neutralización con solución de hidróxido sódico.

c).-Adición de electrolitos (solución de cloruro sódico) para favorecer la formación de los copos de jabón.

d).-Calentamiento a 80-90 °C.

e).-Centrifugación de la masa.

Siguiendo este esquema se pueden conseguir hasta seis operaciones en un día, en tanto que se obtienen dos o tres con decantación natural.

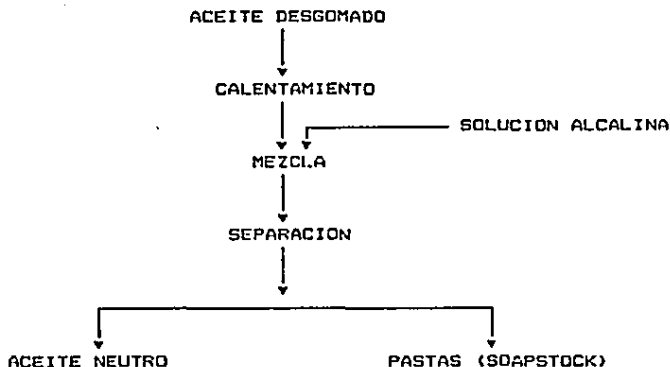
NEUTRALIZACION CONTINUA

En la actualidad, debido a los grandes avances tecnológicos, la industria dispone de plantas continuas completamente automatizadas que proporcionan la máxima seguridad de trabajo con rendimientos elevados. Estas plantas están constituidas de una serie de equipos de dosificación, mezcla y centrifugación, que permiten efectuar de un modo continuo y controlado las siguientes operaciones: a) desgomado; b) neutralización; c) re-refinación; d) lavado.

Enfocándonos básicamente a la operación de neutralización continua, la eliminación de la acidez orgánica presente en el aceite en estado de solución, se efectúa saponificando los ácidos orgánicos con hidróxido sódico, de igual manera que los procesos anteriores. La separación puede efectuarse fácilmente porque los

jabones resultantes son prácticamente insolubles en el aceite neutro en las condiciones en que normalmente se trabaja. La operación de neutralización se efectúa de acuerdo al esquema siguiente:

FIG.6.2 ESQUEMA DE NEUTRALIZACION DE ACEITES DESGOMADOS



La cantidad de solución de hidróxido de sodio a emplear viene dada por la fórmula:

$$Q = \frac{Q_1 \times P \times A \times 1000}{100 \times M \times N}$$

en donde:

- Q = solución de NaOH en litros/hora;
- Q₁ = cantidad de aceite a tratar en litros/hora;
- P = peso específico del aceite;
- A = acidez del aceite en tanto por ciento;
- M = peso molecular de los ácidos grasos;
- N = concentración de la solución de NaOH expresada como «normalidad».

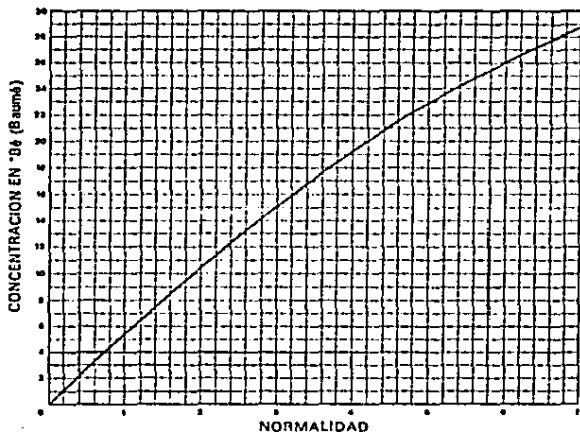
La acidez de un aceite se expresa generalmente con referencia al peso molecular del ácido oleico, ya que es éste el ácido orgánico presente en mayor cantidad en los aceites vegetales.

En las plantas de neutralización continua, dependiendo del grado de acidez y de la calidad de los aceites, se utilizan soluciones de NaOH a diversas concentraciones.

Para acidez inferior a 1% se utilizan soluciones más diluidas (8 - 12°Bé), para acidez más elevada se utilizan concentraciones de alrededor de 20°Bé. Sólo para acidez superior a 6% se utilizan soluciones con concentraciones superiores de 20°Bé.

Para obtener la «normalidad» de una solución de NaOH, conociendo la concentración en grados Bé, se utiliza la gráfica que aparece a continuación (TECNOLOGIA DE ACEITES Y GRASAS, Bernardini E., 1981):

FIG.6.3 GRAFICA PARA LA DETERMINACION DE LA NORMALIDAD EN SOLUCIONES DE HIDROXIDO SODICO



Normalmente la cantidad estequiométrica de solución de NaOH no es suficiente para neutralizar toda la acidez orgánica presente en el aceite porque parte de dicha solución se utiliza para extraer las gomas, sustancias colorantes y para la saponificación parcial de los glicéridos.

En la práctica se agrega una cantidad mayor que la estequiométrica calculada; esta cantidad viene a ser del 5 al 7 por ciento. Por lo tanto, la fórmula base será:

$$Q = \left[\frac{Q1 \times P \times A \times 1000}{100 \times N \times M} \right] 1.06$$

Como se ha venido indicando, durante el proceso de neutralización se producen pérdidas debidas fundamentalmente a:

- a) Neutralización de ácidos orgánicos presentes en el aceite.
- b) Saponificación de glicéridos neutros.
- c) Pérdidas de aceite neutro por fenómenos de emulsión.
- d) Saponificación de mucilagos, sustancias colorantes y otras impurezas.

La pérdida en a) no se puede evitar porque es la finalidad de la neutralización; para reducir al mínimo las pérdidas en b), c) y d), se debe ejecutar la neutralización sobre aceites bien desgomados, emplear la dosificación y concentración más idónea de sosa así como trabajar a temperatura lo más baja posible para conseguir un buen rendimiento.

6.2.3 NEUTRALIZACION FISICA

Esta técnica, basada en la teoría de la destilación de los ácidos grasos, se ha difundido mucho en los últimos años especialmente en Italia y cada día se utiliza más en otros países por las ventajas económicas que representa.

La refinación física de una sustancia grasa es un procedimiento combinado de neutralización por destilación y desodorización de aceites y grasas.

Cabe señalar que estos nuevos procesos de refinación física se han mostrado muy interesantes para algunos tipos de aceites, tales como oliva, palma, cacahuete y girasol; excepto para desodorización de otros, como son los de soya y colza, es decir aquellos en los que se produce reversibilidad.

Las plantas de refinación son muy interesantes por los resultados económicos frente a las plantas clásicas de refinación con solución alcalina, ya que el índice de pérdidas es mucho menor en la refinación física.

Otra ventaja se debe al hecho de que, mientras que con la sosa los ácidos grasos se transforman en soluciones jabonosas que deben someterse a sucesivos tratamientos para dar oleinas con

acidez de alrededor del 70%, con el proceso de refinación física se obtienen directamente ácidos grasos destilados de 90-95 % de acidez.

Por lo anterior se puede pensar que la refinación física podría resolver los problemas de la neutralización. En la práctica no es así, porque este proceso tiene sus limitaciones que se pueden resumir en:

- El aceite puede ser refinado si está bien desgomado y decolorado.
- La acidez del aceite no debe ser excesivamente alta.

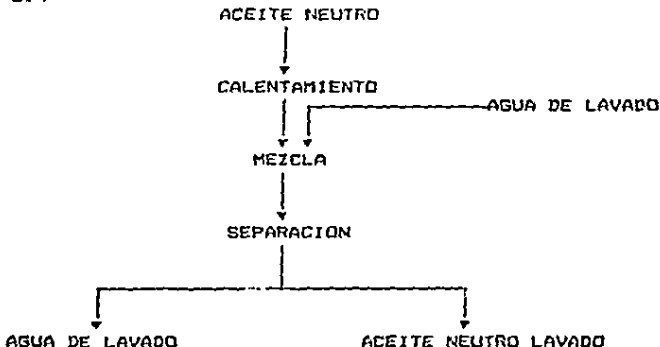
Estas limitaciones comportan mayores gastos que los que corresponden a plantas de neutralización con sosa, obligando a tomar por lo tanto, decisiones de tipo económico. Hay que estudiar cuidadosamente lo que pueden ser los mayores costos de explotación y ver si se compensan con los mejores rendimientos en los productos refinados.

La experiencia de éstos últimos años ha demostrado que el procedimiento de refinación por vía física es ventajosa cuando se tratan aceites de buena calidad y fácilmente decolorables.

6.2.4 LAVADO DE ACEITES NEUTRALIZADOS

Para eliminar las trazas de jabón que aún persisten en los aceites después de la neutralización, es necesario someter al aceite a un enérgico lavado con agua caliente ya que los jabones son siempre parcialmente solubles en el aceite neutro. Esta operación se realiza de acuerdo al esquema siguiente:

FIG. 6.4



Para el lavado de los aceites es conveniente utilizar agua de baja dureza. Normalmente se realizan varios lavados hasta llegar a que el contenido de jabón sea de 80-120 ppm.

6.3 DECOLORACION

6.3.1 GENERALIDADES DEL PROCESO

Corresponde a la tercera etapa en la manufactura comercial de aceites y se realiza generalmente después de la refinación. Este proceso consiste en la eliminación de las sustancias colorantes contenidas en los productos neutros principalmente xantofilas, carotenoides y clorofilas.

El procedimiento más usado consiste en hacer adsorber las sustancias colorantes por tierras especiales o carbón activado, bajo particulares condiciones de trabajo, tales como: temperatura, tiempo de contacto y presión.

6.3.2 TIERRAS DECOLORANTES

Son arcillas especiales activadas con procedimientos físicos y químicos como son:

- Disgregación en agua;
- Lavado con soluciones de ácido sulfúrico;
- Filtración;
- Secado
- Molienda.

El poder decolorante de estas tierras depende esencialmente de la calidad de la materia prima, de manera que un factor determinante es la forma microcristalina de las arcillas y las impurezas que contienen.

Las causas del poder adsorbente de estas tierras activadas no son bien conocidas; la tensión superficial aumentada por la gran superficie que ofrecen, cumple un papel importante en la adsorción de los grupos cromóforos presentes en los aceites y grasas. De hecho, el tratamiento con solución acuosa de ácido sulfúrico de las tierras no tiene otra función que la de vaciar los capilares de estas sustancias extrañas, dejando una masa altamente porosa.

Las tierras son sometidas a tratamientos con ácidos minerales, por lo que son siempre ácidas, de ahí que se verifique un aumento en la acidez de los aceites y grasas después del tratamiento con estas sustancias. El aumento de acidez varía con el tipo de tierra activada empleada, pero, generalmente es del orden del 0.1%.

6.3.3 CARBONES ACTIVOS

Pueden ser de origen animal o vegetal, éstos últimos son los más utilizados y son obtenidos de la destilación seca de ciertas ramas de árboles. Los carbones así obtenidos se muelen finamente y se activan con reactivos químicos.

En el comercio existe una gran cantidad de carbones activados; para la adsorción de gases y vapores, para la adsorción de olores, para la adsorción de sustancias colorantes, etc.

No es suficiente utilizar sólo carbón activado para la decoloración de aceites y grasas, en las refinerías es usual utilizar una mezcla con tierras decolorantes a razón de 5-10% de carbón y del 90-95% de tierras.

El carbón es muy efectivo para separar el color rojo de aceites y grasas, su uso se limita para los casos en que hay dificultad de decolorar; sin embargo debido al elevado poder de retención de aceite y a su relativo alto costo, de siete a ocho veces superior al de las tierras, se tiende a minimizar el empleo de carbón activado.

6.3.4 SECADO DE ACEITES ANTES DE LA DECOLORACION

El agua es enemiga de las sustancias decolorantes, bastan pequeñísimas cantidades de ésta en una sustancia grasa para reducir sensiblemente la acción decolorante de las tierras y carbones; por esta razón, los aceites y grasas deben estar libres de humedad antes de someterse al proceso de decoloración.

La deshidratación se efectúa calentando la sustancia grasa a 70-80°C y en vacío, en estas condiciones el agua se evapora y se separa.

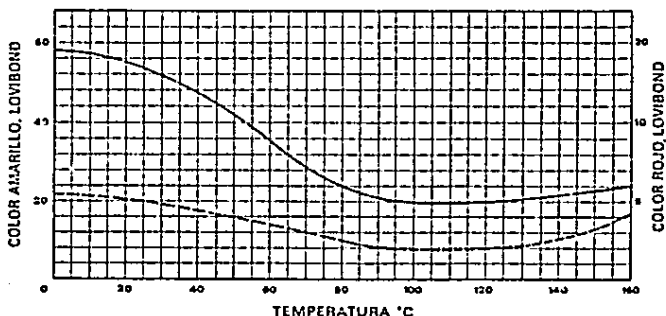
Previo deshidratación, se procede a la decoloración de la grasa manteniéndola en contacto con las sustancias decolorantes durante un tiempo determinado y en condiciones de presión y temperatura también determinados. A continuación se indicará la influencia de estos factores en el proceso de decoloración.

6.3.5 FACTORES QUE INFLUYEN EN LA DECOLORACION

TEMPERATURA

Para darnos una idea de la gran influencia que este factor tiene en la decoloración de una sustancia grasa cuando ésta está en contacto con una tierra decolorante, se presentará la siguiente gráfica que expone resultados obtenidos de una serie de pruebas realizadas sobre un aceite neutralizado variando únicamente la temperatura, (ACEITES Y GRASAS VEGETALES, Bernardini E., 1981).

FIG. 6.5 INFLUENCIA DE LA TEMPERATURA SOBRE EL EFECTO DECOLORANTE



Se observa que a baja temperatura el poder decolorante es muy limitado, llegando al máximo cuando la temperatura es de unos 100°C para luego decrecer a partir de dicha temperatura.

Cabe señalar que cada aceite se comporta diferente y cada uno tiene su óptimo de temperatura a los efectos de decoloración, por lo que este gráfico tiene únicamente carácter indicativo.

TIEMPO

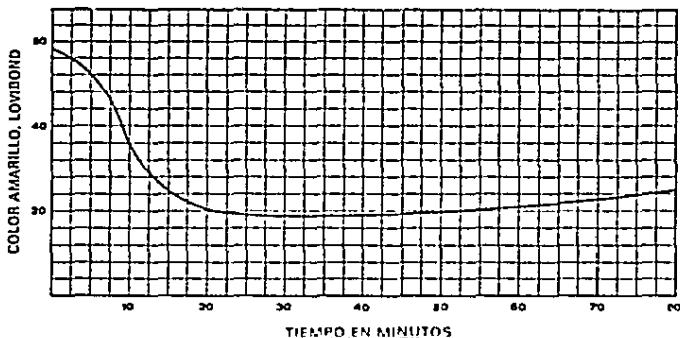
El tiempo en que la sustancia grasa-tierra decolorante permanecen en contacto, también influye en el poder adsorbente de una tierra.

Esta influencia se puede apreciar en la gráfica que se presenta en la figura 6.6 (Tomada de ACEITES Y GRASAS VEGETALES, Bernardini E., 1981). Los datos fueron obtenidos a una temperatura de 95°C, presión de 60 mmHg, 2% de tierra decolorante y fuerte agitación.

Como puede observarse, la acción decolorante es máxima para un tiempo de unos 30 min. de contacto, descendiendo lentamente al prolongarse el tiempo.

El color fué controlado con el aparato Lovibond. Con esta gráfica, se explica por qué la decoloración continua de una sustancia, donde se mantiene constante el tiempo de contacto aceite-tierra, es más eficaz que una decoloración discontinua.

FIG.6.6 INFLUENCIA DEL TIEMPO DE CONTACTO SOBRE EL EFECTO DECOLORANTE



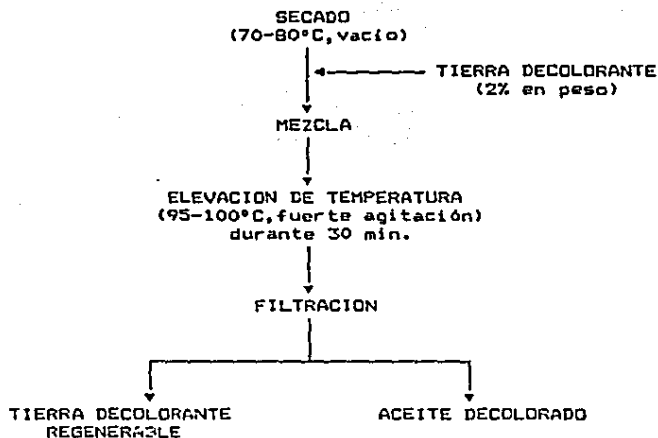
PRESION ABSOLUTA

Al hablar de los productos decolorantes, se ha afirmado que el poder decolorante era debido, en su mayor parte, a la influencia que tenían estas sustancias en la tensión superficial por efecto de la gran superficie que ofrecen a las sustancias con las que están en contacto.

Esta gran superficie se debe a la formación de innumerables capilares, que en un ambiente atmosférico estarán saturados de aire. De esta consideración parece claro el por qué de la necesidad de desairear estos productos para que puedan ejercer una acción óptima. En la industria, el sistema más simple para desairear una sustancia decolorante es el de bajar la presión absoluta en los equipos de decoloración a valores próximos a los 50-70 mmHg con el fin de eliminar todo el aire presente.

Por todo lo anterior en la fig. 6.7, se deduce el diagrama para el proceso de decoloración.

FIG.6.7 DIAGRAMA DE DECOLORACION DE ACEITES



Cabe señalar que los aceites blanqueados pueden desarrollar algunos colores indeseables durante su posterior almacenamiento debido a reacciones de polimerización sufridas por los lípidos. La efectividad de la decoloración se reduce por la presencia de lípidos oxidados.

6.4 DESODORIZACION

La finalidad de esta operación consiste en eliminar las sustancias que proporcionan olores y sabores indeseables en los aceites, así como la remoción de algunos otros compuestos como esteroides, ceras y productos de oxidación de los ácidos grasos.

En conjunto estas sustancias se encuentran en las grasas en cantidades muy pequeñas, del orden de 0.001- 0.01%, pero bastan estas mínimas cantidades para originar productos no comestibles.

Entre las características físicas comunes de todas estas sustancias, está la gran diferencias de volatilidad entre ellas y los triacilglicéridos componentes de las grasas y aceites, y precisamente en esta propiedad se basa el proceso industrial de la desodorización.

La eliminación de las sustancias malolientes se realiza mediante una destilación con inyección de vapor en la cual el aceite relativamente no volátil es sometido, durante cierto tiempo a condiciones de presión y temperatura que permitan la eliminación de las sustancias antes mencionadas. Por lo tanto este proceso está influenciado por los siguientes factores:

A) TEMPERATURA. Un aumento de la temperatura, acompañado de una disminución de la presión, facilita el proceso de destilación. Sin embargo el incremento de la temperatura está limitado, pues se corre el riesgo de producir fenómenos como:

- Destilación de una parte de los glicéridos;
- Fenómenos de polimerización;
- Hidrólisis parcial de los glicéridos.

B) PRESION ABSOLUTA. El límite está dado exclusivamente por el equipo utilizado. Cuanto más baja sea la presión, más baja podrá ser la temperatura de desodorización y, por lo tanto, se protegerá al aceite de oxidaciones atmosféricas y se reducirá el consumo de vapor.

C) TIEMPO. Cuanto menor sea el tiempo de permanencia de la grasa en el desodorizador mejor será su calidad final, sin embargo, ésta debe ser suficiente para la extracción total de los productos malolientes.

Un tiempo de desodorización prolongado presenta los siguientes inconvenientes:

- Fenómenos de polimerización;
- Sabor a «cocido» en los aceites y
- Deterioro del color del aceite refinado.

La desodorización no tiene ningún efecto dañino sobre los tocoferoles residuales o la composición global de los ácidos grasos de los aceites. En ciertos casos se añade algún antioxidante para evitar todo riesgo de oxidación.

6.5 WINTERIZACION

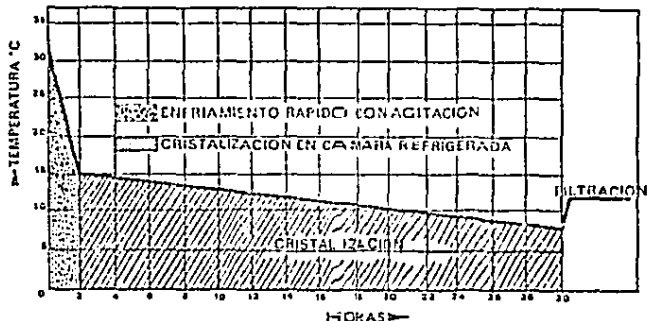
Este proceso tiene por objeto suprimir aquellos glicéridos de punto de fusión elevado que originan enturbiamiento y aumento de viscosidad en los aceites almacenados a bajas temperaturas.

Consiste en precipitar en forma de cristales, los glicéridos causantes del enturbiamiento. El proceso es una verdadera cristalización fraccionada en donde tres factores: temperatura, tiempo y agitación tienen una importancia fundamental sobre la naturaleza y formación de los cristales en base a lo siguiente:

- El descenso de la temperatura facilita la separación en una solución, por sobresaturación, de los componentes con más alto punto de fusión.
- La agitación facilita la formación de pequeños cristales.
- El tiempo, acompañado de un lento descenso de la temperatura y la inmovilidad facilitan el crecimiento de los cristales.

El estudio de la curva de enfriamiento de los aceites ha demostrado que las condiciones de temperatura-agitación-tiempo más idóneas para el proceso son las representadas en la siguiente gráfica (TECNOLOGIA DE ACEITES Y GRASAS, Bernardini E., 1981).

FIG. 6.8 CURVA DE ENFRIAMIENTO DE ACEITES CON WINTERIZACION CONVENCIONAL



La cristalización se lleva a cabo manteniendo el aceite inmóvil durante veinticuatro o treinta horas en tanques especiales colocados en cámaras con temperatura regulable.

Debido a que normalmente estos cristales contienen un alto porcentaje de ácido esteárico, a los glicéridos separados en la winterización se les conoce como estearinas y son finalmente separados por filtración a baja temperatura.

Existe otra operación de winterización de aceites en fase solvente que proporciona algunas ventajas sobre el procedimiento clásico entre las que destacan:

- A) Ahorro considerable de tiempo, ya que las estearinas se forman en pocos minutos.
- B) Reducción en costos.
- C) Mayor rendimiento
- D) Mayor calidad en los productos refinados.

7 METOLOGIA ANALITICA

DETERMINACION DE ACIDOS GRASOS, METODO DEL TRIFLUORURO DE BORO

FUNDAMENTO: Se basa en la preparación de ésteres metílicos. Los glicéridos y fosfolípidos son saponificados, liberando a los ácidos grasos que son esterificados en presencia de trifluoruro de boro y catalizados para análisis por I.R. o cromatografía de gases.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- Matraz redondo fondo plano de 50 ml. y boca esmerilada.
- Refrigerante de rosario, boca esmerilada.
- Trampa de humedad con unión esmerilada para embonar en el refrigerante.
- Tubos de centrifuga graduados de 13 ml. con cuello esmerilado
- Reactivo de trifluoruro de boro.
- Solución metanólica de NaOH 0.5N
- Heptano grado cromatografía.
- Sulfato de sodio anhidro granular.
- Solución saturada de NaCl.

PROCEDIMIENTO:

- Adicione 150-250 mg. de muestra a un matraz y unas perlas de ebullición desengrasadas.
- Agregar 4 ml. de NaOH 0.5N.
- Conectar el refrigerante y trampa al matraz y colocar en baño maria a 75°C por 12 min.
- Pasado este tiempo adicionar por la parte superior del refrigerante 5 ml. de trifluoruro de boro y dejar en el baño otros dos min.
- Pasado este tiempo, adicionar 3 ml. de n-heptano y dejar en el baño 1 min.
- Retirar el matraz y taponarlo, enfriarlo con agua corriente agitando al mismo tiempo.
- Adicionar 20 ml. de solución saturada de NaCl para llevar la fase orgánica al cuello del matraz.
- Mediante una pipeta Pasteur, ayudado de una perilla se recoge la fase heptánica en un tubo de centrifuga que contenga 0.5 gr. de sulfato de sodio anhidro, cuidando de no tocar la fase acuosa.
- Tápese y agítese 1 min.
- Al extracto se le burbujea nitrógeno para que no se oxide.
- Se toma 1 microlitro del extracto y se inyecta la muestra al cromatógrafo previamente acondicionado.

CALCULOS:

Se emplea el método de normalización, en el cual se asume que todos los componentes de la muestra son representados en el cromatograma, de tal forma que la suma de el área bajo el pico representa el 100% de los constituyentes (elución total).

DETERMINACION DE DENSIDAD.

DEFINICION: La densidad relativa, es la relación del peso de un volumen dado de una sustancia y el peso de un volumen igual de agua en las mismas condiciones de presión y temperatura. Es una unidad abstracta.

FUNDAMENTO: El método consiste en pesar volúmenes iguales de agua y aceite ó grasa vegetal ó animal a la que se va a determinar la densidad relativa, bajo condiciones específicas de temperatura, 25°C para aceites y 40°C para grasas.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- Pícnómetro de 10, 25, 50 ó 100 ml. de capacidad con rama lateral para aforo.
- Termómetro graduado de 0-100°C dividido en quintos o décimos de grado, para determinar temperaturas entre 10 y 30 °C.
- Baño de agua con regulador de temperatura con precisión de \pm , 0.2°C.
- Balanza analítica con sensibilidad de 0.0001 gr.
- Papel filtro.
- Agua destilada recientemente hervida.
- Alcohol etílico de 96%.
- Eter etílico.
- Sulfato de sodio anhidro.
- Mezcla sulfocrómica.

PREPARACION DE LA MUESTRA

- La muestra se homogeniza y se toma la cantidad necesaria para la determinación.
- Se le añade sulfato de sodio anhidro en una cantidad que corresponda al 5% en peso de aceite.
- Se sacude vigorosamente, y luego se filtra.
- Esta operación debe hacerse de inmediato, antes del análisis.

PROCEDIMIENTO:

- Se limpia cuidadosamente el pícnómetro con mezcla sulfocrómica y se lava con agua, se escurre y se enjuaga sucesivamente con etanol y éter etílico.
- Se seca interiormente con aire y por fuera con papel filtro.
- Se llena con agua destilada evitando la formación de burbujas de aire. Se sumerge en un baño de agua de 25°C por 30min. controlando la temperatura.
- Se extrae del baño, se tapa, se limpia y se seca.
- Se pesa el pícnómetro tapado con precisión de 0.1 mg. se vacía y se lava con etanol y éter etílico. Se seca por dentro y por fuera.
- Se llena el pícnómetro con el aceite, evitando la formación de burbujas de aire, se sumerge en el baño de agua a 25°C por

30 min. controlando la temperatura y se procede de la misma manera en que se detalla para el agua destilada.

CALCULOS:

$$* G_1 = P_1 - P$$

$$** G_2 = P_2 - P$$

$$** d = G_1/G_2$$

en donde:

P₁ = peso del picnómetro con muestra.

P₂ = peso del picnómetro con agua.

P = peso del picnómetro vacío.

G₁ = peso neto del aceite.

G₂ = peso neto del agua.

d = densidad relativa del aceite a T°C con respecto al agua a la misma T°.

INDICE DE SAPONIFICACION.

DEFINICION: Es la cantidad de KOH expresado en mg., necesaria para saponificar un gramo de aceite o grasa. Se basa en la reacción química de los ácidos grasos con un álcali, formándose la sal del ácido.

MATERIAL Y REACTIVOS:

-HCl 0.5N.

-KOH en solución alcohólica (40gr. de KOH en 1 L. de etanol 96%)

-Solución indicadora de fenolftaleína al 1%.

-Matraces de cuello esmerilado de 300 ml.

-Tubos de condensación esmerilados.

-Pipetas volumétricas de 50 ml.

-Refrigerante de reflujo.

-Baño maría con regulador de temperatura.

PROCEDIMIENTO:

-Se colocan 5 gr. de muestra seca y filtrada en el matraz y se agregan 50 ml. de KOH en solución alcohólica exactamente medidos con pipeta volumétrica, en un tiempo definido.

-Al matraz se le adapta un refrigerante de reflujo y se coloca en un baño maría hirviente durante 30 min., agitándolo frecuentemente.

La saponificación se prolonga durante 30-60 min. para que sea completa.

-Una vez terminada la saponificación, se le agrega 1 ml. de solución indicadora de fenolftaleína al 1.0 % titulándose en frío con HCl 0.5N, para observar con claridad y precisión el punto final, se considera cuando al transcurrir 30 seg. de

que se le agrega la última gota de HCl 0.5N se produce la decoloración.
 -Se hace una prueba testigo usando la misma cantidad de reactivo, procurando que el tiempo de descarga de las pipetas sea semejante al de la muestra.

CALCULOS:

Se emplea la siguiente fórmula:

$$I.S. = \frac{V_1 - V}{P} \times 28.05 \quad \text{donde:}$$

V_1 = ml. de solución de HCl 0.5N usados en la titulación del testigo.

V = ml. de HCl 0.5N usados en la titulación de la muestra.

P = masa de la muestra en gramos.

28.05 = mg. de KOH equivalentes a 1 ml. de HCl 0.5N.

INDICE DE ACIDEZ

DEFINICION: El índice de acidez se define como el número de mg. de NaOH que se requieren para neutralizar los ácidos grasos libres contenidos en 1 gr. de muestra. El resultado se expresa en porcentaje de ácido oleico.

FUNDAMENTO: Se basa en la neutralización de los ácidos grasos libres (ác. débiles) presentes en la grasa, empleando una base fuerte para su valoración.

El punto de equivalencia estequiométrico cuando se valoran con una base fuerte, estará en la zona alcalina de neutralidad (Ph=7). Por estas razones, la acidez originada por los ácidos grasos libres se valora con NaOH en disolución alcohólica empleando fenolftaleína como indicador.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- Balanza analítica con sensibilidad de 0.01 mg.
- Matraces Erlenmeyer
- Probetas
- Buretas
- Solución de NaOH 0.1N
- Alcohol etílico neutralizado
- Fenolftaleína al 1%

PROCEDIMIENTO:

- Pesar 20 gr. de muestra en un matraz Erlenmeyer.
- Agregar aproximadamente 50 ml. de alcohol etílico neutralizado con NaOH usando fenolftaleína como indicador.
- Calentar ligeramente.
- Titular con NaOH 0.1N agitando frecuentemente hasta que una coloración rosada persista durante 30 seg.

CALCULOS:

Para expresar el resultado como ácido oleico se usa:

$$\% \text{ de Acidez} = \frac{0.282 \times N \times V}{P} \times 100$$

en donde:

- 0.282 = miliequivalentes del ácido oleico.
- N = normalidad de la solución de NaOH.
- V = volumen de NaOH gastado en la titulación.
- P = peso de la muestra en grs.

Cuando la determinación se realice usando aceite crudo la cantidad de muestra a emplear deberá ser de 10 gr., esto debido al contenido de ác. grasos libres.

INDICE DE PEROXIDOS

FUNDAMENTO: La estimación de peróxidos se basa, en primer lugar en su capacidad de liberar yodo de una solución de KI en ácido acético.

El índice de peróxido de una grasa es una medida de su contenido de oxígeno reactivo, expresada en términos de meq. de oxígeno por 1000 gr. de grasa, o bien como milimoles de peróxido por Kg. de grasa.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- Matraces erlenmeyer
- Probetas
- Buretas
- Mezcla ác. acético-cloroformo (3:2)
- Solución de yoduro potásico saturado
- Almidón al 1%
- Tiosulfato de sodio 0.1N
- Agua destilada

PROCEDIMIENTO:

- Pesar 5 gr. de muestra en un matraz previamente enjuagado con solución de ác. acético-cloroformo.
- Añadir 30 ml. de mezcla ác. acético-cloroformo. Tapar.
- Añadir 0.5 ml. de yoduro potásico saturado. Esperar 1 minuto agitando de vez en cuando.
- Transcurrido el minuto, agregarle 30 ml. de agua destilada.
- Agregarle un poco de almidón como indicador y titular con tiosulfato de sodio 0.1N hasta el viraje de color negrozco a blanco.

CALCULOS:

$$\text{meq./Kg de peróxidos} = \frac{(\text{ml. gastados}) (N) (1000)}{\text{peso muestra}}$$

INDICE DE YODO

DEFINICION : El índice de yodo se define como el número de gr. de yodo que reaccionan con 1 gr. de grasa, y es una medida del promedio de dobles ligaduras o insaturaciones que contienen los aceites o grasas.

FUNDAMENTO: Se basa en la absorción del halógeno (yodo monocloriguro o monobromuro) con la adición de un exceso de halógeno a la muestra, reducción de éste exceso con KI y por último la valoración con solución tipo tiosulfato.

MATERIAL Y REACTIVOS:

- Matraces Erlenmeyer
- Bureta de 25 ml.
- Probetas
- Cloroformo
- Yodo monocloriguro
- Solución de yoduro de potasio
- Solución de tiosulfato de sodio 0.1N
- Almidón
- Agua destilada

PROCEDIMIENTO:

- Pesar 0.25 grs. de aceite.
- Añadir 10 ml. de cloroformo.
- Adicionar con bureta 25 ml. de yodo monocloriguro
- Tapar y guardar 30 min. en oscuridad, agitando adicionalmente
- Transcurrido este lapso adicione 10 ml de KI al 15%, agitar.
- Adicione 100 ml de agua destilada.
- Titular con tiosulfato 0.1N, hasta color amarillo claro.

- Adicionar almidón como indicador y continuar titulando hasta que el color azul desaparezca.
- Hacer lo mismo con un testigo.

CALCULOS:

$$I.Y. = \frac{(V. \text{ testigo} - V. \text{ muestra})(N)(12.69)}{\text{peso de muestra}}$$

INDICE DE REFRACCION

PROCEDIMIENTO:

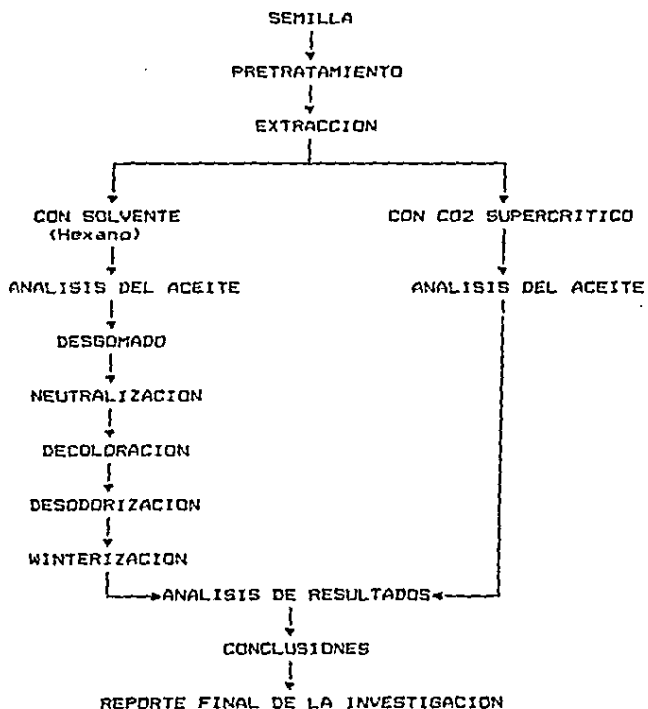
- Hacer circular agua a la temperatura deseada, generalmente 20°C, a través de los prismas del refractómetro de Abbé.
- Comprobar que el refractómetro da una lectura correcta del índice de refracción del agua destilada a 20°C (1.3330). Si la lectura difiere del valor real corregir el instrumento usando el mando correspondiente del aparato.
- Extender la muestra sobre el prisma bien limpio y leer el índice de refracción.
- Si se trata de una pasta que contiene cristales iluminar por reflexión.

8 DISEÑO EXPERIMENTAL

8.1 PLAN DE TRABAJO

El plan de trabajo a seguir para el desarrollo de la presente investigación contempla los procedimientos indicados en el siguiente diagrama.

FIG. 8.1 PLAN DE TRABAJO DE LA EXTRACCION Y CARACTERIZACION DE ACEITE DE YUCCA FILIFERA



8.2 PRETRATAMIENTOS DE LA SEMILLA

MOLIENDA:

Esta operación fué realizada en un turbo molino Pulvex modelo 200 separándose cinco diferentes lotes de semilla, la diferencia entre cada uno de éstos radicó en el diámetro de orificio (Dp) de las mallas adaptadas al molino empleado obteniéndose los datos indicados en la tabla siguiente:

TABLA 8.2 TAMAÑOS DE PARTICULA OBTENIDOS EN LA MOLIENDA

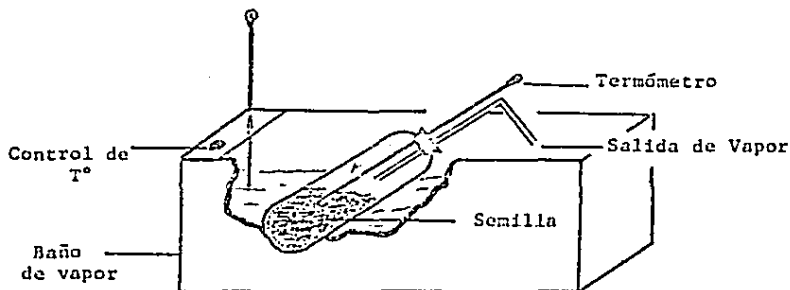
# LOTE	Dp DE MALLA
1	0.9 mm.
2	1.4 mm.
3	1.7 mm.
4	2.45 mm.
5	4.75 mm.

A cada uno de ellos se los determinó porcentaje de humedad y posteriormente fueron almacenados cuidando de mantener su humedad invariable hasta su correspondiente extracción.

TOSTADO:

Se llevó a cabo en un aparato como lo muestra la figura :

FIG. 8.3 EQUIPO DE LABORATORIO PARA LA OPERACION DE TOSTADO



Se empleó un baño de vapor en el cual se sumergió un recipiente conteniendo la semilla molida. A este recipiente se le adaptó un tapón con dos orificios de tal manera que por cada uno de ellos se pudiera introducir una salida del vapor generado por el calentamiento y un termómetro para el control y medición de la temperatura de la semilla respectivamente.

Las condiciones a las cuales se realizó esta operación se indican en la tabla siguiente:

TABLA 8.4

OPERACION	TIEMPO	TEMPERATURA
τ_1	20 min	140°C
τ_2	20 min	85°C
τ_3	20 min	80°C

En donde τ_1 , τ_2 y τ_3 corresponden a cada una de las operaciones de tostado.

Al igual que en proceso anterior, luego del tostado se le determinó humedad a la semilla y se almacenó hasta su extracción.

8.3 LA EXTRACCION DEL ACEITE

8.3.1 CON SOLVENTE

De las semillas de Yucca filifera separadas del dátil y sometidas a previo acondicionamiento (molienda y/o tostado), se obtuvo un polvo del cual se extrajo a reflujo con hexano, el aceite contenido en la semilla.

La extracción escala laboratorio fué llevada a cabo en un equipo como el que se muestra en la figura 8.5

La mezcla resultante de la extracción fué destilada para recuperar el hexano. Eliminado éste, se sometió al aceite a una evaporación a vacío con el objeto de obtener un aceite lo más libre posible de solvente.

Basándonos en la teoría de extracción por solventes y específicamente en la influencia que sobre el rendimiento de extracción para cada tipo de semilla tienen el tiempo, la cantidad de solvente, la humedad de la semilla, la relación

semilla-solvente, así como el tamaño de partícula; se fueron diseñando por grupos una serie de extracciones variando los parámetros antes mencionados y de esta manera determinar las condiciones óptimas que permitieran obtener el mayor rendimiento de aceite de la semilla de Yucca filifera.

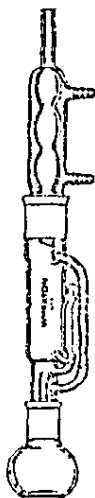


FIG. 8.5 APARATO SOXHLET PARA EXTRACCION DE ACEITE

GRUPO 1:

Dentro del primer grupo de extracciones y con el fin de determinar la influencia que la relación semilla-solvente tenía sobre el rendimiento de extracción, se varió este parámetro en base a los reportes de la literatura que indica que con una relación 1:10 se obtiene el óptimo de extracción; las variaciones seleccionadas para ello fueron arriba y abajo de este valor.

Aquí se mantuvo constante el tiempo, temperatura, % humedad, tamaño de partícula y peso de muestra.

GRUPO 2:

En las extracciones correspondientes al segundo grupo, los parámetros que permanecieron constantes fueron peso de muestra, relación semilla-solvente, % de humedad y tamaño de partícula.

El objeto de estas experimentaciones fué determinar la variación del rendimiento de aceite extraído en función del incremento en el tiempo de extracción.

GRUPO 3:

El siguiente parámetro a evaluar fué la influencia de la operación de tostado sobre el rendimiento.

Se realizaron tres operaciones de tostado cada una de ellas a diferente temperatura, en tanto que el tiempo de permanencia de la semilla en el tostado fué constante para cada operación (Ver operación de tostado).

Seguido a este proceso, la semilla de cada fracción se sometió a la extracción. Durante el curso de ésta, se mantuvo constante el peso de muestra, la temperatura, el tiempo, la relación semilla-solvente y el tamaño de partícula; el parámetro que se varió fué el porcentaje de humedad.

GRUPO 4:

Finalmente se consideró la influencia del tamaño de partícula sobre el rendimiento de extracción.

Para ello se consideraron cinco tamaños diferentes y durante el curso de cada una de las extracciones los parámetros que permanecieron constantes fueron: peso de muestra, temperatura, tiempo y relación semilla-solvente.

Una vez determinadas las condiciones que se consideraron óptimas para la obtención del mayor rendimiento de aceite de semilla de Yucca filifera, se procedió a realizar las extracciones a una escala mucho mayor que las que se habían venido utilizando para los procesos anteriores; esto con el objetivo de observar su comportamiento a otra escala además de obtener la cantidad suficiente de aceite que permitiera llevar a cabo los procesos de refinación y sus correspondientes análisis.

En resumen, los parámetros que se pretendieron evaluar en cada una de las operaciones anteriores (molienda, tostado y extracción) se condensan en el cuadro que se muestra a continuación:

TABLA B.6 PARAMETROS DE EVALUACION PARA EXTRACCION CON SOLVENTES

OPERACION	V. INDEPENDIENTES	V. DEPENDIENTES
TOSTADO	TIEMPO TEMPERATURA	% RENDIMIENTO % HUMEDAD
MOLIENDA	TAMARO DE PARTICULA	% RENDIMIENTO % HUMEDAD
EXTRACCION	TIEMPO DE EXTRAC. RELACION Se/So. T° DE EXTRAC. % DE HUMEDAD	% RENDIMIENTO

8.3.2 CON CO2 SUPERCRITICO

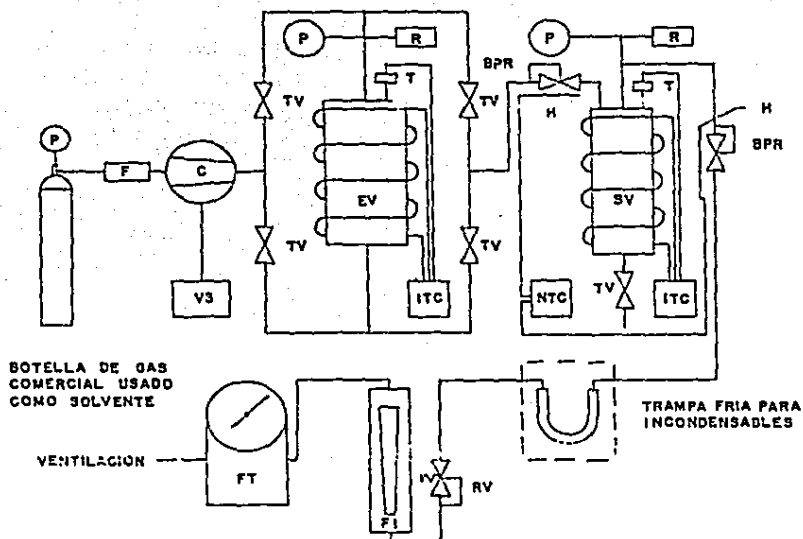
La extracción de aceite de semilla de Yucca filifera por fluidos en estado supercrítico se realizó en base a algunos parámetros de presión y temperatura ya empleados para la extracción de otros aceites; en tanto que las características de la semilla se eligieron en base a aquellas que en la extracción por solventes mostraron mayor rendimiento.

El equipo en el cual se realizó la extracción, es un modelo piloto típico de laboratorio para extracciones con fluidos en estado supercrítico System II, fabricado por New Port Scientific Inc., que se representa esquemáticamente en la figura B.7.

Este equipo es para trabajar en forma discontinua (Batch) a presiones de hasta 10,000 psi. Está provisto de un recipiente o vasija de extracción de aproximadamente 1 lt. de capacidad donde se coloca el producto a extraer, la semilla de Y. filifera, en nuestro caso.

El solvente empleado para la extracción, CO₂, se alimentó en cilindros de 25 kg de capacidad y después de pasar por el filtro (F) se dosificó al sistema de extracción mediante una bomba de diafragma, no lubricada, de alta presión. El flujo de gas en este aparato se controla ajustando el número de golpes por minuto del variador de velocidad (VS), la presión se fija mediante una válvula reguladora de presión (RPR).

FIG. 8.7 DIAGRAMA DE FLUJO DEL SISTEMA DE EXTRACCION POR FLUIDOS EN ESTADO SUPERCRITICO EN ESTADO SUPERCRITICO



BPR - REGULADOR DE PRESION
 C - COMPRESOR
 EV - VASIJA DE EXTRACCION
 F - FILTRO
 FI - INDICADOR DE FLUJO
 FT - TOTALIZADOR DE FLUJO
 H - CALENTADOR
 ITC - MEDICION Y CONTROL DE T°

R - DISCO DE RUPTURA
 RV - VALVULA DE SEGURIDAD
 SV - VASIJA DE SEPARACION
 T - TERMOPAR
 NTC - TERMOSTATO SIN REGISTRO DE T°
 TV - VALVULA
 P - MANOMETRO
 VS - VARIADOR DE VELOCIDAD

El CO₂ "supercrítico" se alimentó por la parte superior o inferior de la vasija de extracción (EV), la cual está provista de un manómetro, un termostato y una mantilla de calentamiento que nos permitieron conocer y ajustar las condiciones de presión y temperatura a las que se realizaron las extracciones.

El fluido en condiciones supercríticas, después de pasar a través de la semilla sobre la que se realizó la extracción y haber disuelto el soluto, deja la vasija de separación (SV) donde ha de liberar el soluto (aceite).

Las condiciones de presión y temperatura en la vasija de separación se ajustan mediante un regulador de presión y la mantilla de calentamiento y termostato colocados en este recipiente.

La vasija de extracción tiene una válvula en el fondo que permite retirar el soluto separado o extraído. Tanto la vasija de extracción como la de separación están dotadas de discos de ruptura a la presión máxima a que ha sido calculado el sistema.

El CO₂ empleado en la extracción, una vez que se encuentra a las condiciones ambientales de presión y temperatura deja el sistema, en nuestro caso no es recuperado, pasando antes por un medidor de flujo (rotámetro) y un totalizador que permite conocer la cantidad de gas gastado en la extracción.

8.4 LA REFINACION

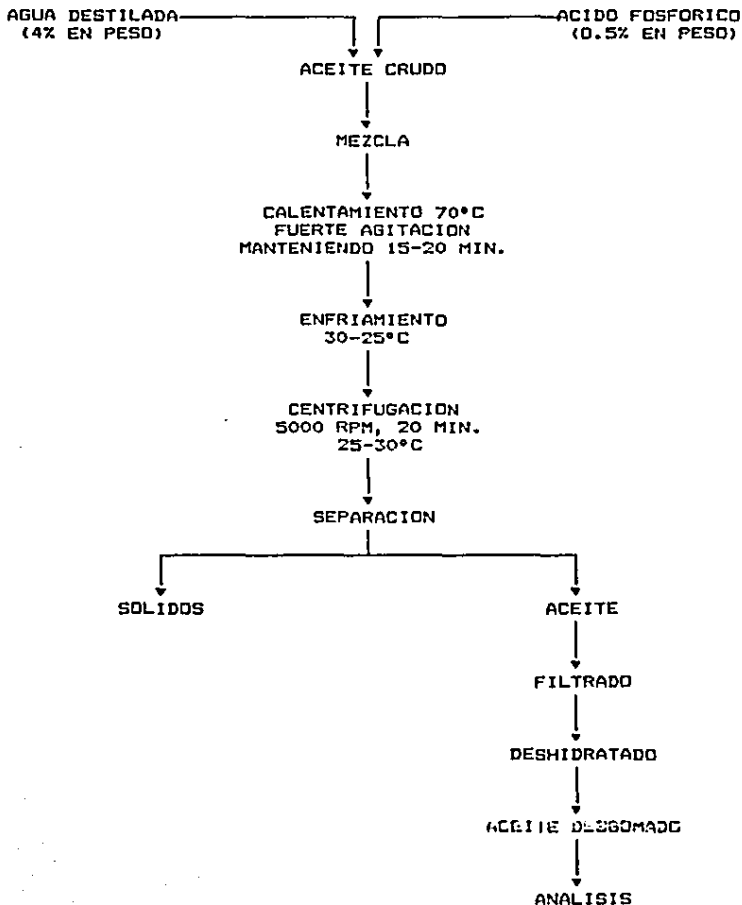
DESCRIPCION DE LAS OPERACIONES DE REFINACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA.

Debo señalar que los procedimientos que se siguieron tanto para el desgomado como para los demás procesos que componen la refinación de un aceite, se hicieron basados, lo más posible en los parámetros que reporta la literatura y a las condiciones y capacidad que el equipo de laboratorio permitió.

DESGOMADO:

El aceite crudo obtenido de cada una de las extracciones fué pesado para obtener con relación a éste, la cantidad aproximada de agua destilada y ácido fosfórico que se mezclarían con el aceite, para producir la precipitación de mucilagos y fosfátidos principalmente.

Las condiciones que se mantuvieron durante este proceso se pueden sintetizar en el siguiente diagrama:

FIG. 8.8 ESQUEMA DE DESGOMADO DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA

NEUTRALIZACION:

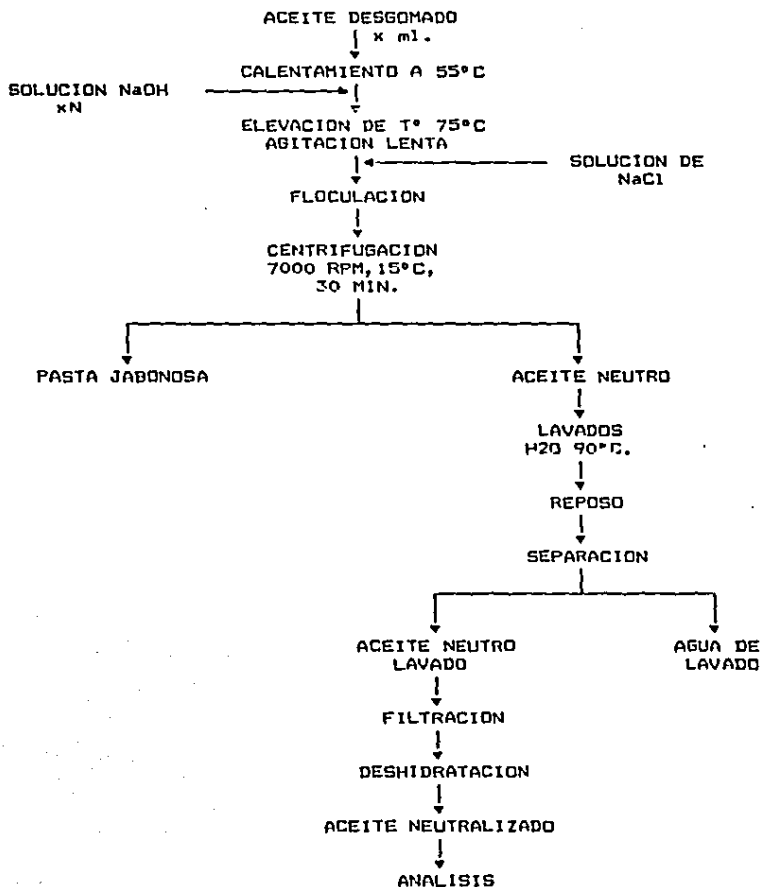
Conociendo los resultados referentes a los análisis del aceite desgomado y de particular interés para este nuevo proceso: el porcentaje de acidez y el peso específico del aceite; se procedió primeramente al cálculo de la concentración de la solución de hidróxido sódico a emplear.

Este cálculo se hizo en base a la concentración en $^{\circ}\text{Bé}$ de las soluciones generalmente empleadas en las plantas industriales, dependiendo del rango de acidez en que se encuentran los aceites desgomados.

Conociendo este dato se empleó la gráfica 6.3 de la que anteriormente hice referencia, para obtener la normalidad que la solución alcalina tendría.

Por último conociendo el volumen del aceite a tratar y el peso molecular de ácido graso presente en mayor porcentaje en éste, se hizo el cálculo de la cantidad de NaOH que se debía utilizar para neutralizar la acidez del aceite.

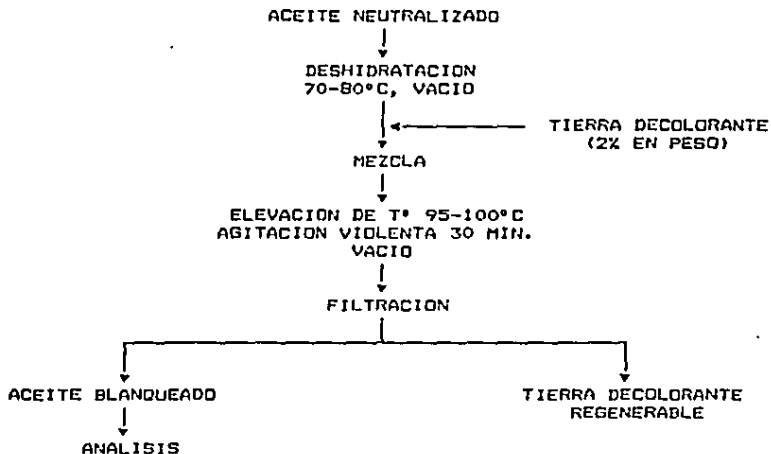
A grandes rasgos la operación se llevó a cabo según el esquema que a continuación se presenta:

FIG.8.9 ESQUEMA DEL PROCESO DE NEUTRALIZACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA

DECOLORACION:

El diagrama que representa a continuación mostrará de manera gráfica el procedimiento que se siguió para suprimir las sustancias colorantes del aceite.

FIG.8.10 ESQUEMA DEL PROCESO DE DECOLORACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA



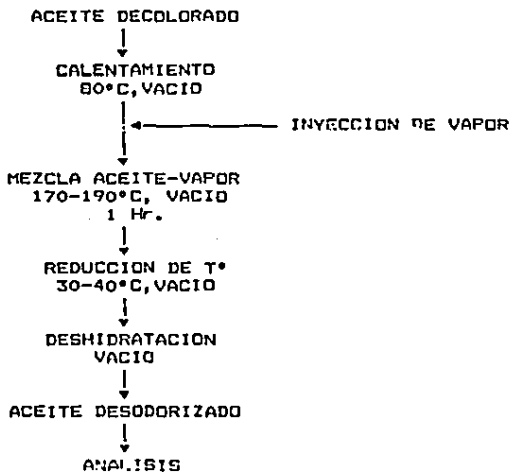
Aún cuando el aceite obtenido del proceso de neutralización fué deshidratado, se inició aquí nuevamente con esta operación para asegurar una decoloración efectiva.

La elección entre la gran cantidad de tierras decolorantes existentes en el mercado, se hizo en base a las características que cada una de ellas presentan y que así convenían a nuestro interés. Para el aceite de Yucca filifera se eligió una de las tierras aplicadas en la decoloración del aceite de cártamo y cuyas especificaciones se muestran en el apéndice.

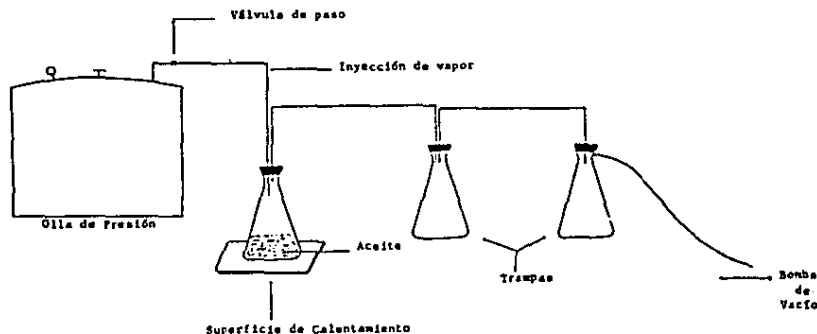
DESODORIZACION:

Este proceso se realizó según el esquema siguiente:

FIG 8.11 ESQUEMA DEL PROCESO DE DESODORIZACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA



Para darnos una mejor idea, el equipo de laboratorio empleado para tal operación se esquematiza a continuación:



El aceite colocado en un matraz que fué montado como en la figura anterior, fué sometido a calentamiento moderado, alcanzada cierta temperatura, se abrió una válvula de paso para permitir la salida de vapor que fué inyectado directamente al aceite al mismo tiempo que se incrementaba su calentamiento; durante el desarrollo de esta operación se mantuvo el sistema a vacío.

Previo desodorizado, el aceite fué deshidratado a vacío para eliminar el agua emulsionada en el aceite, como producto de una condensación del vapor de agua inyectado en las paredes del matraz.

WINTERIZACION:

Con esta operación se concluyó el proceso de refinación del aceite, para ello se enfrió el aceite con agitación hasta una temperatura de 15°C, una vez alcanzada ésta, se almacenó en un cuarto frío en recipiente previamente tapado a una temperatura de 4°C, durante 36 horas.

Pasado este lapso, el aceite se filtró a vacío cuidando de mantener la temperatura del aceite a 4-5°C con el fin de separar, lo mejor posible, los cristales formados por las estearinas y obtener así un aceite de buena calidad después de su sometimiento a cada una de las operaciones del proceso de refinación.

8.5 ANALISIS QUIMICOS

Como anteriormente se expresó, después de cada una de las operaciones a que fué sometido el aceite, se realizaron los análisis correspondientes a:

- Identificación y Cuantificación de Acidos grasos
- I. de Saponificación
- I. de Refracción
- I. de Peróxidos
- I. de Acidez
- I. de Yodo
- Densidad

Los métodos seleccionados para ello, ya han sido descritos en el capítulo 7.

9 RESULTADOS

Los parámetros descritos en el diseño experimental, las condiciones mantenidas durante las extracciones realizadas tanto con hexano como con CO₂ "supercrítico", así como los resultados obtenidos en la caracterización del aceite obtenido se condensan en las tablas que a continuación se presentan:

TABLA 9.1 EXTRACCIONES CORRESPONDIENTES AL GRUPO 1

	E1	E2	E3	E4
T (°C)	84	84	84	84
t (hrs)	2	2	2	2
H (%)	5.2	5.2	5.2	5.2
Dp (mm)	2.45	2.45	2.45	2.45
τ	0	0	0	0
m (grs)	40	40	40	40
Se/S _o	1:1.5	1:3	1:5	1:10
R (%)	18.70	18.13	18.85	18.70

**TABLA 9.2 INFLUENCIA DE LA RELACION SEMILLA-SOLVENTE
EN EL RENDIMIENTO DE EXTRACCION**

RELACION Se/So	% RENDIMIENTO
1:1.5	18.70
1:3	18.13
1:5	18.65
1:10	18.70

INFLUENCIA DE LA RELACION Se/S_o EN EL RENDIMIENTO

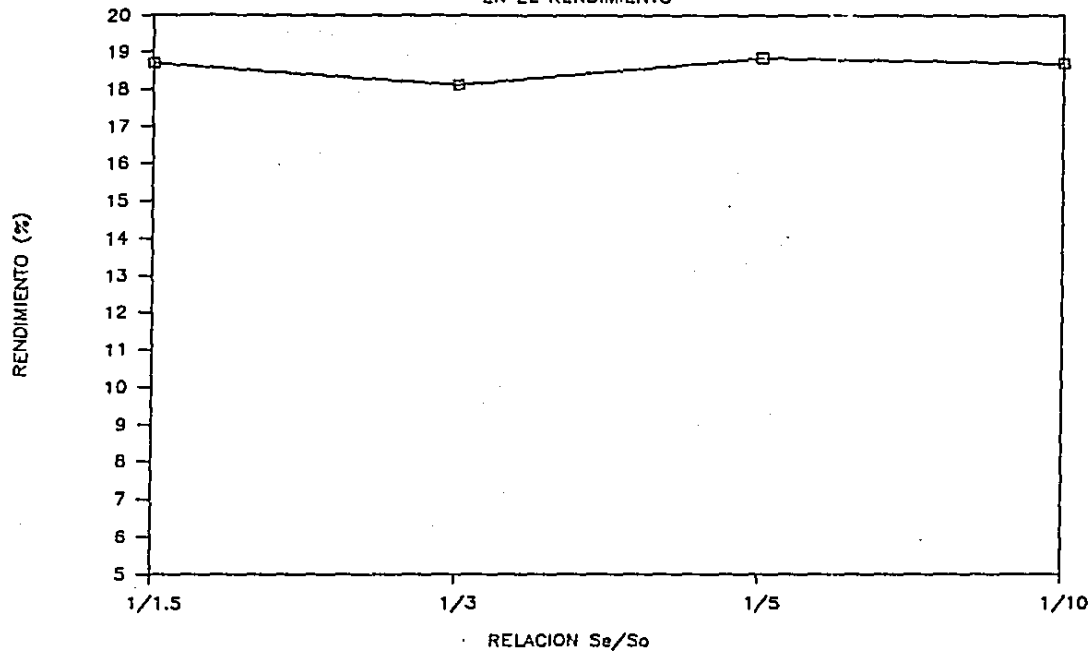


TABLA 9.3 EXTRACCIONES CORRESPONDIENTES AL GRUPO 2

	E1	E2	E3	E4	E5
T (°C)	84	84	84	84	84
H (%)	5.2	5.2	5.2	5.2	5.2
Dp (mm)	2.45	2.45	2.45	2.45	2.45
τ	0	0	0	0	0
m (grs)	40	40	40	40	40
Se/So	1:2	1:2	1:2	1:2	1:2
t (hrs)	0.25	0.5	1	2	3
R (%)	16.27	16.91	17.59	18.60	18.90

TABLA 9.4 INFLUENCIA DEL TIEMPO EN EL RENDIMIENTO DE EXTRACCION

TIEMPO DE EXTRACCION (Hrs.)	RENDIMIENTO (%)
0	0
0.25	16.27
0.5	16.91
1.0	17.59
2.0	18.60
3.0	18.90

INFLUENCIA DEL TIEMPO EN EL RENDIMIENTO

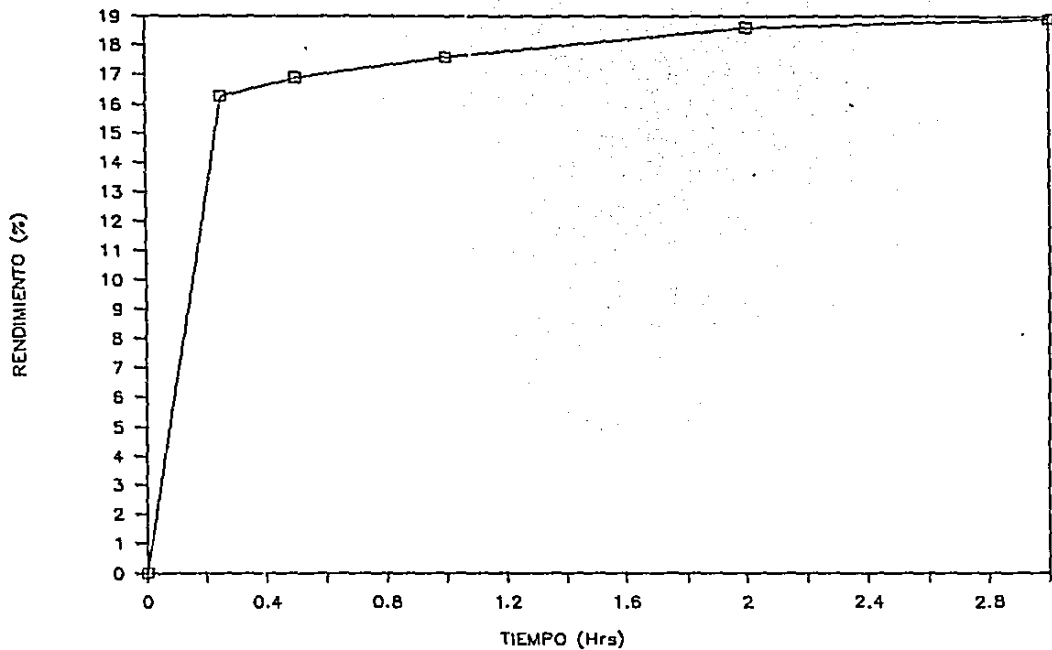


TABLA 9.5 EXTRACCIONES CORRESPONDIENTES AL GRUPO 3

	E1	E2	E3
T (°C)	84	84	84
Se/So	1:2	1:2	1:2
Dp (mm)	2.45	2.45	2.45
t (hrs)	2	2	2
m (grs)	40	40	40
τ	1	2	3
H (%)	3.22	3.55	3.67
R (%)	19.33	18.02	17.91

TABLA 9.6 EFECTO DE LA OPERACION DE TOSTADO EN EL RENDIMIENTO

# TOSTADO	% HUMEDAD	% RENDIMIENTO
1	3.22	19.33
2	3.55	18.02
3	3.67	17.91

EFFECTO DEL TOSTADO EN EL RENDIMIENTO

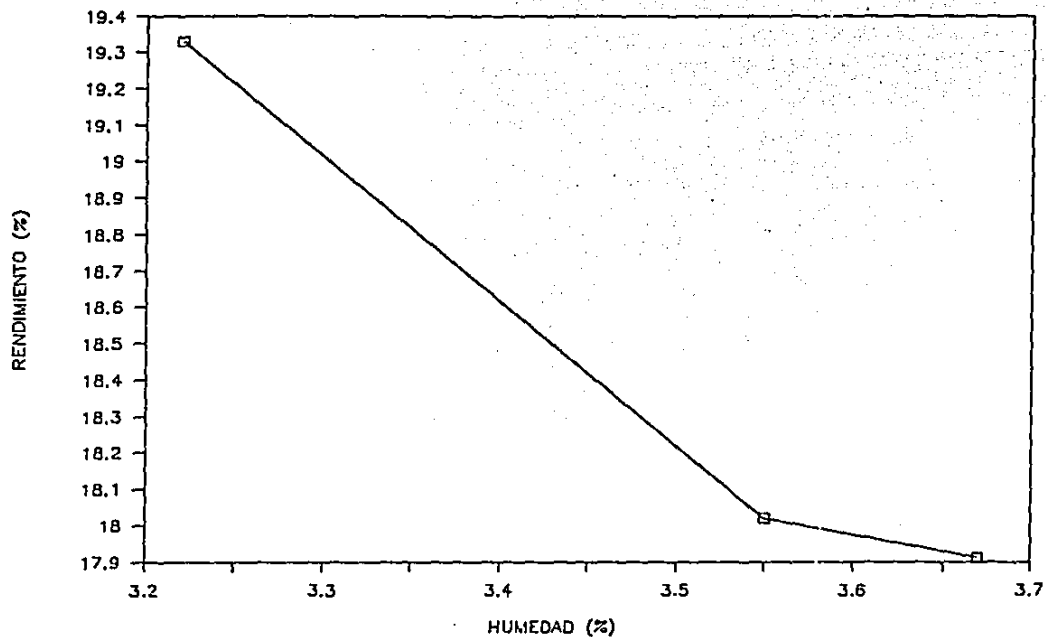


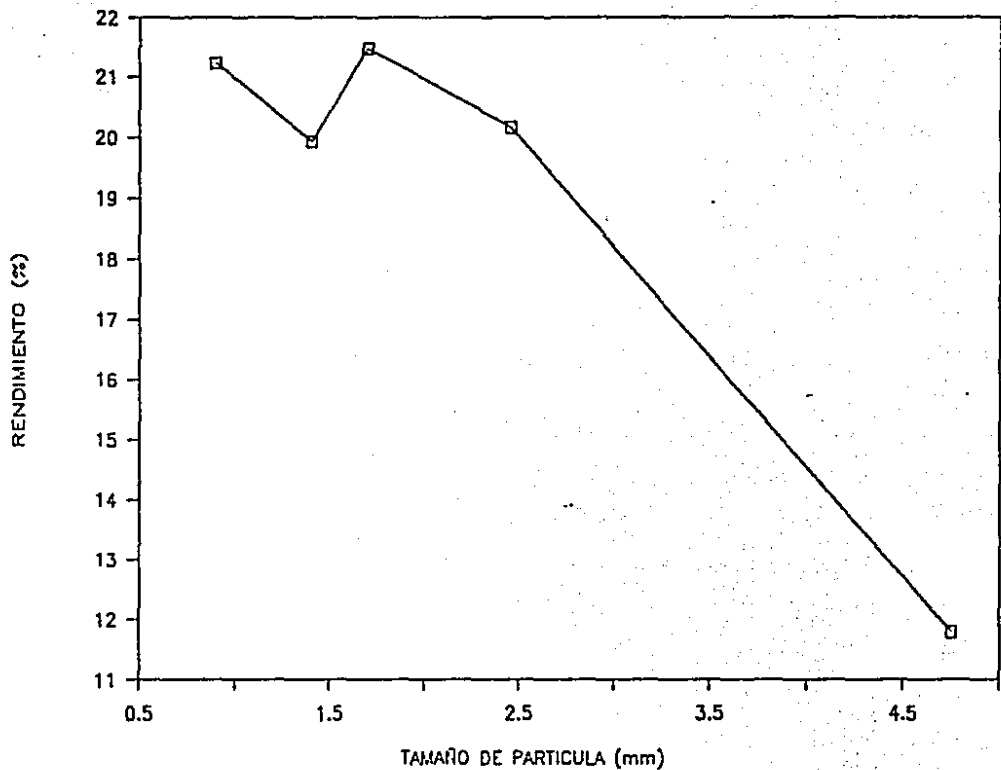
TABLA 9.7 EXTRACCIONES CORRESPONDIENTES AL GRUPO 4

	E1	E2	E3	E4	E5
T (°C)	84	84	84	84	84
t (hrs)	2	2	2	2	2
Se/So	1:2	1:2	1:2	1:2	1:2
τ	0	0	0	0	0
m (grs)	40	40	40	40	40
Dp (mm)	0.9	1.4	1.7	2.45	4.75
H (%)	7	2.7	4.7	4.9	5.7
R (%)	21.24	19.94	21.49	20.18	11.78

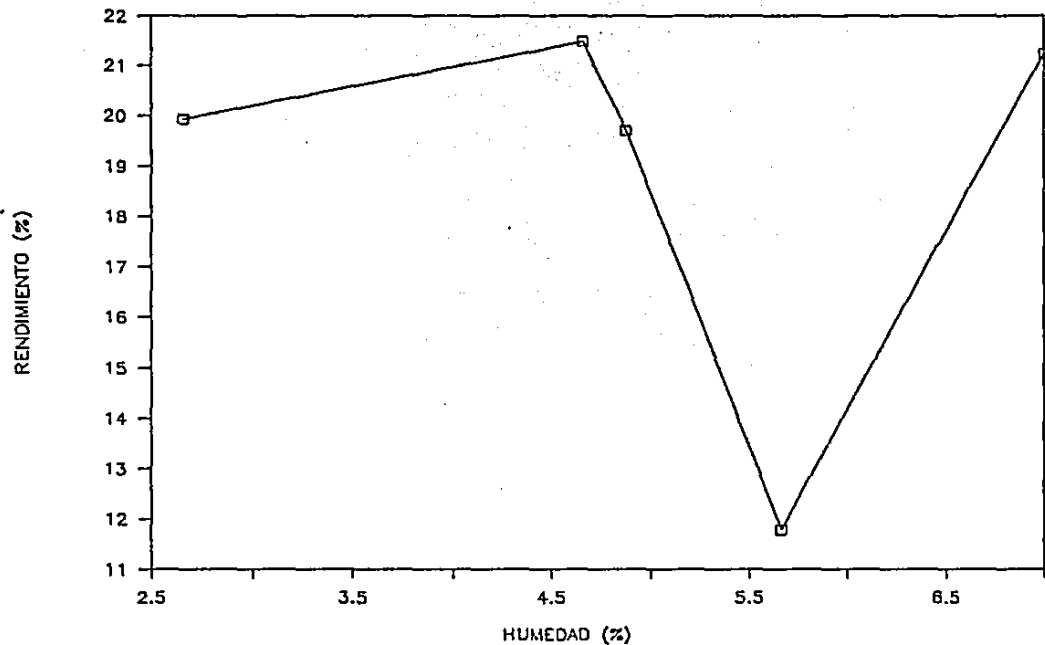
TABLA 9.8 EFECTO DEL TAMAÑO DE PARTICULA EN EL RENDIMIENTO

TAMAÑO DE PARTICULA (Dp mm.)	HUMEDAD (%)	RENDIMIENTO (%)
0.9	7.0	21.24
1.4	2.7	19.94
1.7	4.7	21.49
2.45	4.9	20.18
4.75	5.7	11.78

EFFECTO DEL D_p EN EL RENDIMIENTO



EFFECTO DE LA HUMEDAD EN RENDIMIENTO



RELACION D_p - HUMEDAD

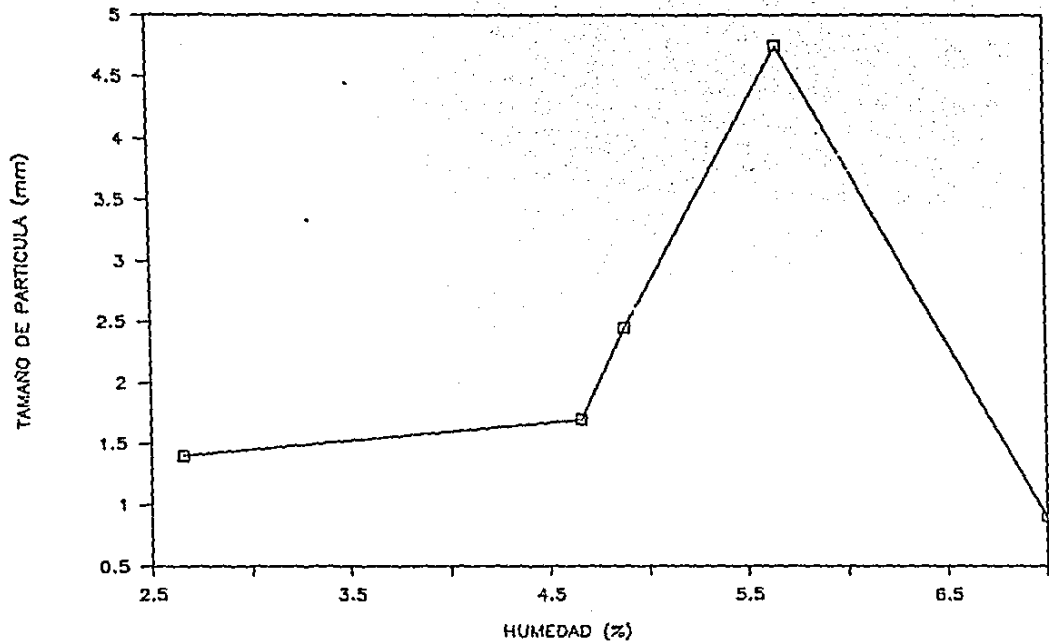


TABLA 9.9 EXTRACCIONES A ESCALA ▶ MAYOR

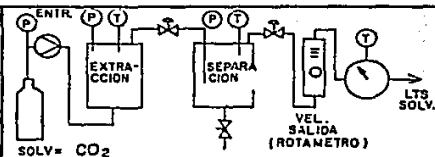
	E1	E2	E3
T (°C)	84	84	84
t (hrs)	3	2	3
τ	0	0	0
Dp (mm)	1.7	1.7	1.7
H (%)	3.33	3.33	3.33
Se/So	1:2	1:2	1:5
m (grs)	1,350	1,200	2,480
R (%)	22.75	23.43	24.20

EXTRACCIONES CRITICAS

PROD. Semilla de Yucca EXTR. N° 1
 REALIZO MFF/ASH FECHA 20 / 07 / 89

ORIGEN Y CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO

Dp = 1.7 mm.
 Z H = 3.3



HORA	P ENTR VEL	EXTRACCION		SEPARACION		VEL	LTS. GAS	OBSERVACIONES
		PRESION	TEMP.	PRESION	TEMP.			
8:30		5000 lb	39°C	450 lb	43°C	-	90945	
9:00		5000 "	43 "	460 "	54 "	8	91230	
9:15		5000 "	55 "	460 "	55 "	-	91330	
9:30		5000 "	69 "	450 "	54 "	8	91416	
9:47		5000 "	59 "	460 "	55 "	-	91517	
10:00		5000 "	47 "	475 "	56 "	8	91587	
10:15		5000 "	54 "	480 "	55 "	-	91680	
10:30		5000 "	52 "	480 "	56 "	-	91760	
10:45		5000 "	59 "	480 "	55 "	-	91855	
11:00		5000 "	52 "	480 "	56 "	-	91940	
11:30		5000 "	48 "	480 "	55 "	8	92090	
11:47		5000 "	56 "	485 "	57 "	-	92210	
12:00		4900 "	58 "	480 "	55 "	-	92275	
12:15		4900 "	57 "	480 "	55 "	-	92363	
12:25		4600 "	55 "	350 "	58 "	-	92375.5	

RENDIMIENTO Y CARACTERISTICAS PRODUCTO OBTENIDO

Recipiente de extracción : T° inicial = 38°C
 Recipiente de separación : T° inicial = 26°C
 Cilindro de CO₂: Presión inicial = 850 lb/in²

RENDIMIENTO OBTENIDO = 6.91 %

Se obtuvo un aceite amarillo claro característico de los aceites. Su olor característico a Yucca.

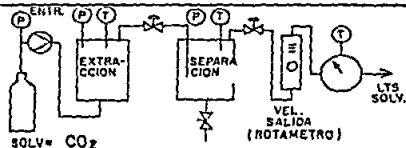
EXTRACCIONES CRITICAS

PROD. Semilla de YUCCA:
REALIZO MEE/ ASH

EXTR. N° 2
FECHA 15 / 08 / 89

ORIGEN Y CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO

Dp = 1.7 mm.
% H = 3.3



HCRA	P ENTR VEL	EXTRACCION		SEPARACION		VEL	LTS. GAS	OBSERVACIONES
		PRESION	TEMP.	PRESION	TEMP.			
9:35		5000 lb	62°C	400 lb	49°C	10.5	91663	
9:46		5000 "	54 "	400 "	41°C	9	91744	
10:00		5000 "	42 "	400 "	49 "	10.5	91842	
10:15		5000 "	41 "	400 "	53 "	10	91968	
10:30		5000 "	43 "	400 "	58 "	9	92010	
10:45		5000 "	50 "	400 "	56 "	8	92197	
11:07		5000 "	58 "	400 "	56 "	8	92245	
11:16		5000 "	66 "	400 "	57 "	-	92396	
11:30		5000 "	54 "	400 "	57 "	-	92480	
11:47		5000 "	45 "	400 "	58 "	-	92583	
12:00		5000 "	47 "	400 "	56 "	8	92677	
12:15		5000 "	50 "	400 "	55 "	-	92757	
12:30		5000 "	48 "	400 "	57 "	-	92831	
12:47		5000 "	44 "	400 "	58 "	-	92946	
1:05		5000 "	41 "	400 "	55 "	8	93048	
1:20		5000 "	40 "	400 "	58 "	8	93145	
1:31		5000 "	41 "	400 "	55 "	-	93219	
2:10		5000 "	52 "	400 "	57 "	-	93320	

RENDIMIENTO Y CARACTERISTICAS PRODUCTO OBTENIDO

Recipiente de extracción : T° inicial = 40°C

Recipiente de separación : T° inicial = 26°C

RENDIMIENTO OBTENIDO = 7.76%

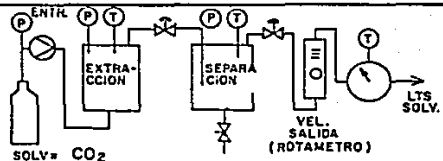
EXTRACCIONES CRITICAS

PROD. Semilla de Yucca	EXTR. N° 2
REALIZO MEE / ASN	FECHA 15 / 08 / 89

ORIGEN Y CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO

Dp = 1.7 mm.

zH = 3.3



HORA	P ENTR VEL	EXTRACCION		SEPARACION		VEL	LTS. GAS	OBSERVACIONES
		PRESION	TEMP.	PRESION	TEMP.			
2:30		5000 lb	52°C	400 lb	56°C	-	93415	
2:48		5000 "	51 "	400 "	58 "	-	93516	
3:00		5000 "	50 "	400 "	57 "	-	93661	
3:09		5000 "	49 "	400 "	56 "	-	93718	

RENDIMIENTO Y CARACTERISTICAS PRODUCTO OBTENIDO

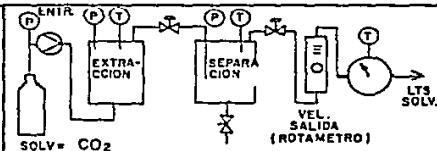
EXTRACCIONES CRITICAS

PROD. Semilla de Yuca EXTR. N° 3
 REALIZO HEE / ASN FECHA 16 / 08 / 89

ORIGEN Y CARACTERISTICAS DEL PRODUCTO

Dp = 1.7 mm.

ΔH = 3.3



HORA	P ENTR VEL	EXTRACCION		SEPARACION		VEL	LTS. GAS	OBSERVACIONES
		PRESION	TEMP	PRESION	TEMP			
9:45		5000 lb	38°C	330 lb	46°C	-	94053	
10:00		5000 "	39 "	370 "	46°C	9	94194	
10:15		5000 "	42 "	370 "	47 "	-	94298	
10:31		5000 "	52 "	370 "	44 "	-	94395	
10:47		5000 "	50 "	370 "	45 "	-	94481	
11:00		5000 "	48 "	350 "	47 "	-	94557	
11:30		5000 "	45 "	350 "	53 "	-	94704	
11:45		5000 "	49 "	350 "	53 "	-	94817	
12:05		5000 "	57 "	350 "	52 "	-	94920	
12:15		5000 "	59 "	350 "	51 "	-	95065	
12:30		5000 "	63 "	350 "	52 "	-	95126	
1:00		5000 "	62 "	350 "	52 "	-	95231	
1:15		5000 "	58 "	350 "	51 "	-	92299	
1:30		5000 "	56 "	350 "	50 "	-	95348	
1:45		5000 "	53 "	350 "	53 "	-	95400	
2:15		5000 "	49 "	350 "	54 "	-	95510	

RENDIMIENTO Y CARACTERISTICAS PRODUCTO OBTENIDO

Recipiente de extracción : T° inicial = 37°C

Recipiente de Separación : T° inicial = 26°C

RENDIMIENTO OBTENIDO = 4.2 %

** NOTA: Esta extracción se realizó con la misma semilla que la extracción anterior suministrándole flujo de CO₂ por la parte inferior del recipiente de extracción.

RESULTADOS DE LOS ANALISIS REALIZADOS DURANTE EL PROCESO DE
REFINACION DEL ACEITE DE YUCCA FILIFERA PARA LAS
EXTRACCIONES A ESCALA MAYOR

TABLA 9.10 ANALISIS DEL ACEITE CRUDO

ANALISIS	EXTRACCION 1	- X
I.DE SAPONIFICACION	123 - 133	128
I.DE REFRACCION	1.4744	1.4744
I.DE PEROXIDOS	57.64 - 55.48	56.50
I.DE ACIDEZ	2.89 - 2.88	2.89
I.DE YODO	136 - 135	135.5
DENSIDAD	0.8613	0.8613

TABLA 9.11 ANALISIS DEL ACEITE DESGOMADO

ANALISIS	E1	E2	E3	- X
I DE PEROXIDOS	91.65	29.35	-	60.50
I.DE ACIDEZ	3.044	5.33	6.67	5.015
I.DE YODO	136	135.43	136	135.8

TABLA 9.12 ANALISIS DEL ACEITE NEUTRALIZADO

ANALISIS	EXTRACCION 2	- X
I. DE PEROXIDOS	24.16	26.16
I. DE ACIDEZ	0.0597	0.0597

TABLA 9.13 ANALISIS DEL ACEITE REFINADO

ANALISIS	E2	E3	- X
I. DE SAPONIFICACION	112.60	128.50	120.50
I. DE REFRACCION	1.4755	1.4750	1.4753
I. DE PEROXIDOS	44.45	26.10	35.27
I. DE ACIDEZ	0.0917	0.0645	0.0881
I. DE YODO	135.4	136	135.70
DENSIDAD	0.8598	0.8610	0.8604

TABLA 9.14 RESUMEN DE RESULTADOS

ANALISIS	ACEITE CRUDO	ACEITE DESGOMADO	ACEITE NEUTRALIZADO	ACEITE REFINADO
I. DE SAP.	128	-	-	120.55
I. DE REF.	1.4744	-	-	1.4753
I. DE PER.	56.50	60.50	24.16	35.27
I. DE ACZ.	2.89	5.015	0.0597	0.0881
I. DE Y.	135.50	135.80	-	135.70
DENSIDAD	0.8613	-	-	0.8604

TABLA 9.15 COMPARACION DE RESULTADOS POR SOLVENTES Y POR FLUIDOS EN ESTADO SUPERCRITICO

ANALISIS	ACEITE CRUDO	ACEITE REFINADO	EFES
I. DE SAPONIFICACION	128	120.55	265.12
I. DE REFRACCION	1.4744	1.4753	1.4749
I. DE PEROXIDOS	56.50	35.27	8.590
I. DE ACIDEZ	2.69	0.0881	7.305
I. DE YODO	135.5	135.7	109.64
DENSIDAD	0.8613	0.8604	0.8608

Se realizó el análisis cromatográfico a los aceites obtenidos, las condiciones del cromatógrafo a las cuales se llevó a cabo éste se describen a continuación:

ATENUACION INICIAL : 64
 TEMPERATURA DE LA COLUMNA : 160°C
 TEMPERATURA DEL DETECTOR FID : 300°C
 TEMPERATURA DEL INYECTOR : 243°C
 FLUJO: GAS DE ARRASTRE N2 40 ml/min
 ATENUACION : 128
 RANGO: 10
 INYECCION : 1µl

Los cromatogramas obtenidos se pueden apreciar en el apéndice; la identificación y cuantificación de los ácidos grasos se muestran a continuación:

TABLA 9.16

COMPOSICION DE ACIDOS GRASOS DEL ACEITE DE Y. FILIFERA CRUDO

TR	NOMBRE DEL ACIDO	AREA	%
1.2	Ac. Láurico	10	0.012
1.8	Ac. Mirístico	93	0.107
2.7	Ac. Palmítico	9009	10.340
4.4	Ac. Estéarico	2292	2.630
5.0	Ac. Oleico	20700	23.760
6.3	Ac. Linoleico	55018	63.150

TABLA 9.17 COMPOSICION DE ACIDOS GRASOS DEL ACEITE REFINADO DE YUCCA FILIFERA CORRESPONDIENTE A LA SEGUNDA EXTRACCION

TR	NOMBRE DEL ACIDO	AREA	%
1.2	Ac. Láurico	8	0.012
1.82	Ac. Mirístico	157	0.230
2.8	Ac. Palmítico	6954	10.150
4.4	Ac. Estearico	1764	2.580
5.1	Ac. Oleico	16462	24.020
6.3	Ac. Linoleico	43199	63.02

TABLA 9.18 COMPOSICION DE ACIDOS GRASOS DEL ACEITE REFINADO DE YUCCA FILIFERA CORRESPONDIENTE A LA TERCERA EXTRACCION

TR	NOMBRE DEL ACIDO	AREA	%
1.2	Ac. Láurico	12	0.012
1.8	Ac. Mirístico	78	0.079
2.8	Ac. Palmítico	10542	10.660
4.4	Ac. Estearico	2458	2.480
5.1	Ac. Oleico	23625	23.870
6.2	Ac. Linoleico	62226	62.900

10 ANALISIS DE RESULTADOS

* INFLUENCIA DE LA RELACION SEMILLA-SOLVENTE EN EL RENDIMIENTO

Se puede observar que dentro del grupo de extracciones correspondientes al grupo 1 (Tabla 9.1).

a).- La variación de la cantidad de solvente con respecto a la semilla, no tiene influencia notable sobre el rendimiento de extracción al mantener constantes el tiempo de extracción, la temperatura de extracción, el tamaño de partícula, la humedad de la semilla, así como el peso de ésta para cada una de las extracciones.

Esto debido a que el volumen de solvente que estará en contacto con la semilla en el aparato soxhlet se mantendrá siempre constante para la cantidad de semilla empleada.

* INFLUENCIA DEL TIEMPO EN EL RENDIMIENTO

De la serie de extracciones realizadas con el fin de deducir la influencia del tiempo en el rendimiento de extracción, tabla 9.3, se observa:

a).- En los primeros 15 minutos, se extrae cerca del 70% del aceite contenido en la semilla.

b).- En un tiempo máximo de dos horas se extrae el mayor porcentaje de aceite, después de este tiempo, el rendimiento aumenta muy poco y a partir de entonces la curva de rendimiento tiende a hacerse asintótica.

c).- Para extraer la totalidad del aceite contenido en la semilla de Yucca filifera, se requiere un tiempo muy largo, por lo que se deben considerar costos en cuanto gasto de energía y otros, con el objeto de determinar la conveniencia de su total extracción.

* INFLUENCIA DEL TOSTADO EN EL RENDIMIENTO

Se puede observar en las tablas 8.4 y 9.6, que manteniendo constante el tiempo de la operación de tostado, mientras se varía la temperatura del mismo, existe un cambio ya esperado en el porcentaje de humedad de la semilla; por lo que la evaluación de la influencia del tostado en el rendimiento no podrá hacerse independiente de este último parámetro.

a).- Del primer tostado (τ_1) se obtuvo la semilla con una humedad de 3.22%. Al llevar a cabo la extracción, el primer sifón del Soxhlet fué de color amarillo oscuro, lo cual obligó a pensar lo siguiente:

- * Se extrajo una gran cantidad de aceite o,
- ** El aceite extraído sufrió una alteración en su composición debido a la temperatura a la cual se realizó el tostado.

El rendimiento obtenido superó los ya obtenidos en las extracciones anteriores en las que la semilla empleada no fué sometida al proceso de tostado.

b).- En la segunda operación de tostado (τ_2), la humedad de la semilla obtenida fué de 3.55% y el rendimiento obtenido de la extracción, cabe dentro del rango de los ya obtenidos en las extracciones anteriores a las mismas condiciones de T° , tiempo, Se/So, etc., excepto el haber sido sometidas a un tostado previo.

c).- Por último, del tercer tostado (τ_3) se obtuvo la semilla con un 3.67% de humedad, el rendimiento obtenido fué muy bajo, incluso inferior a los obtenidos a estas condiciones en semilla no tostada.

En general, se puede deducir que a medida que se incrementa la temperatura del tostado, la pérdida de humedad de la semilla será mayor y por lo tanto mayor será el rendimiento en la extracción hasta llegar a un punto en el que éste quizá empiece a decrecer; esto no fué determinado por no ser objetivo de la investigación.

INFLUENCIA DEL TAMAÑO DE PARTICULA EN EL RENDIMIENTO

Para finalizar se analizará la influencia de D_p en el rendimiento, al igual que en el proceso de tostado, la humedad manifestó variaciones durante el proceso de molienda, tablas 9.7 y 9.8.

a).- Se puede observar que a medida que disminuye el tamaño de partícula, disminuye también la humedad; esto debido a la mayor cantidad de energía requerida para llevar la semilla a un tamaño de partícula muy pequeño.

b).- A medida que disminuye el tamaño de partícula y por lo tanto la humedad, aumenta el porcentaje de rendimiento de extracción hasta llegar a un óptimo (desde E5-E2 de las extracciones del grupo 4) . A partir de este punto debido a problemas de percolación, el rendimiento empieza a manifestar un marcado descenso.

c).- En la extracción E1, se puede observar un incremento considerable en la humedad del producto obtenido a un Dp de 0.9 mm. debido a dos problemas fundamentalmente:

* La capacidad del equipo empleado (descrito en el punto B.2) bajó considerablemente dificultando la molienda, por lo que se considera esto como una limitante para la posibilidad de llevar a cabo la presente investigación.

* La temperatura alcanzada por la semilla dentro de la cámara de molienda fué elevada, y debido a la "finura" de Dp se ocasionó un efecto de "sello" en la misma lográndose un fenómeno de equilibrio en la humedad del producto.

Por lo anterior considero que dicha extracción no es representativa para considerarse dentro del análisis de resultados.

EXTRACCION A ESCALA » MAYOR

Manteniendo constante Dp y porcentaje de humedad se observa que la temperatura así como el tiempo de extracción no influyen en el porcentaje de rendimiento; pero se puede hacer notar que la relación S_e/S_o puede influenciar en la cantidad de aceite obtenido (ver E3 de tabla 9.9).

Aunque solo se realizó una extracción a esta relación S_e/S_o , se puede inferir este efecto lo cual puede ser motivo de una investigación posterior.

11 CONCLUSIONES

A).- Las condiciones óptimas de extracción por solventes, para obtener un máximo de rendimiento son:

- 1.- Tiempo de extracción = 2 horas.
- 2.- Temperatura máxima de tostado = 85°C.
- 3.- Humedad de la semilla = 4,7 %
- 4.- Tamaño de partícula de la semilla (Dp) = 1,7 mm.
- 5.- La relación semilla solvente no afecta al % de rendimiento por lo que se puede emplear la menor permisible.

A estas condiciones se logra un 21.5% de rendimiento de aceite con respecto a la semilla.

B).- El utilizar el sistema de extracción con fluidos en estado supercrítico y particularmente para esta investigación el CO₂, se refleja inmediatamente en el rendimiento del proceso, siendo muy bajo con respecto al método empleando hexano.

C).- El aceite de Yucca filifera obtenido tiene gran semejanza con el aceite de cártamo en sus propiedades fisicoquímicas y composición de ácidos grasos por lo cual puede considerarse de características comestibles.

	AC. DE <u>Y.FILIFERA</u>	AC. DE CARTAMO
I. DE SAPONIFICACION	120.55	188 -198
I. DE REFRACCION	1.4753	1.470 - 1.480
I. DE ACIDEZ	0.0881	0.05
I. DE YODO	135.70	135 -148
AC. LAURICO	0.012	0.40
AC. MIRISTICO	0.079	1.10
AC. PALMITICO	10.660	2.90
AC. ESTEARICO	2.480	1.10
AC. OLEICO	23.870	32.80
AC. LINDLEICO	62.900	61.10

D).- Al escalarse el proceso 50 veces (de 40 grs. de carga a 2000 grs.) utilizando las condiciones óptimas de extracción indicadas en A), pero en semilla sin tostar, los rendimientos se incrementaron notablemente hasta 24.24%.

RECOMENDACIONES:

1.- En el caso del aceite de Y. filifera no se recomienda llevar a cabo el tostado para evitar al máximo la degradación tanto del aceite como de los esteroides que contiene la semilla.

2.- Es recomendable una posterior investigación encaminada a analizar el posible contenido de saponinas en el aceite extraído.

12 BIBLIOGRAFIA

- 1.- Badui Dergal Salvador, QUIMICA DE LOS ALIMENTOS, Segunda reimpresión, México, Editorial Alhambra, 1984.
- 2.- Bernardini E., TECNOLOGIA DE ACEITES Y GRASAS, Primera edición española, España, Editorial Alhambra, 1981.
- 3.- Centro de Investigación en Química Aplicada, YUCCA, Comisión Nacional de las Zonas Áridas, Serie el Desierto, Volumen III, México, 1980
- 4.- Kirk E. Raymond, Othmerf Donald, ENCICLOPEDIA DE TECNOLOGIA QUIMICA, Primera edición en español, Tomo VIII, UTEHA, 1962.
- 5.- OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS. Ed. ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS, 14 Edition, Washington, 1984.
- 6.- OFFICIAL AND TENTATIVE METHODS OF THE AMERICAN OIL CHEMISTS' SOCIETY, 3rd. edn., AOCS, Champaign, IL, 1974.
- 7.- Paulaitis M.E., Penninger J.M., Gray R.D., Davidson P., CHEMICAL ENGINEERING AT SUPERCRITICAL FLUID CONDITIONS, Ann Arbor Science Publishers, Michigan, 1983.
- 8.- SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION SYSTEM, Manual de operación e instalación, New Port Scientific, Inc.
- 9.- Mangold H.K., LIQUEFIED GASES AND SUPERCRITICAL FLUIDS IN DILSEED EXTRACTION, JAOCS, 60:226, 1983.
- 10.- Friedrich J.P., E.H. Pryde, SUPERCRITICAL CO2 EXTRACTION OF LIPID-BEARING MATERIALS AND CHARACTERIZATION OF THE PRODUCTS, JAOCS, 61:223, 1984.
- 11.- Mangold H.K., EXTRACTION WITH SUPERCRITICAL FLUIDS: A PROGRESS REPORT FROM GERMANY, JAOCS, 59:673A, 1982.

12.- Eissler R.L., Friedrich J.P., ESTIMATION OF SUPERCRITICAL FLUID-LIQUID SOLUBILITY PARAMETER DIFFERENCES FOR VEGETABLE OILS AND OTHER LIQUIDS FROM DATA TAKEN WITH A STIRRED AUTOCLAVE, JAACS, 65:764, 1988.

13.- Eggers R., Sievers U., Stein W., HIGH PRESSURE EXTRACTION OF OIL SEED, JAACS, 62:1222, 1985.

14.- Johnson L.A., Lucas E.W., COMPARISON OF ALTERNATIVE SOLVENTS FOR OILS EXTRACTION, JAACS, 60:229, 1983.

15.- Rizvi S.S.H., Daniels J.A., Benado A.L., Zollweg J.A., SUPERCRITICAL FLUID EXTRACTION; OPERATING PRINCIPLES AND FOOD APPLICATIONS, Food Technol., July, 1986.

16.- Pellerin Patrick, EXTRACTION AU CO2 SUPERCRITIQUE DES MATIERES PREMIERES NATURELLES AROMATIQUES ,Parfums Cosmétiques Arômes, 71:61, 1986.

13 APENDICE

NOMENCLATURA

Ac. = Acido

A. = Aceite

Dp = Tamaño de partícula

E = Extracción

H = humedad

I = índice

m = masa

μ l = microlitros

R = rendimiento

rpm = Revoluciones por minuto

Se/So = Relación semilla-solvente

T° = Temperatura

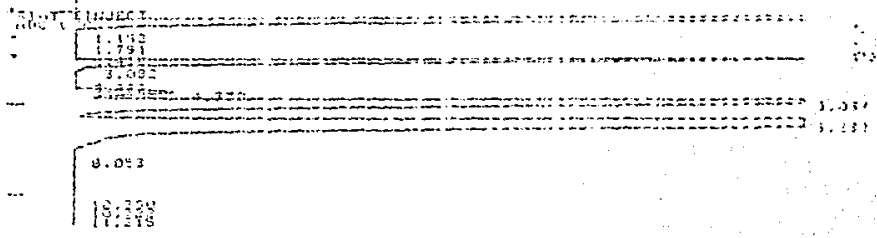
t = Tiempo

τ = Operación de tostado

TR = tiempo de retención

-
X = Media

INJECT SPEED 0.5 CM/MIN
 ATTEN 54 ZERO 54 5 MIN/TICK



TITLE: DET. DE HIDROCARBUROS ESCHEY. 3150 6 SEP 69

MODEL NO: 2 SAMPLE: WLESTER-7024 METHOD: PROC 0711

NO	PEAK TIME	RESULT	TIME	AREA	CONTR	UNIT
1	0.0735	0.136	0.136	562	0.0	
2	0.0805	0.163	0.163	164	0.0	
3	0.0895	0.171	0.171	143	0.0	
4	0.0935	0.212	0.212	154	0.0	
5	51.0145	0.413	0.413	9039000	0.0	
6	0.0405	1.132	1.132	1045	0.0	
7	0.0427	1.791	1.791	3009	0.0	
8	0.0027	2.163	2.163	300	0.0	
9	0.0027	2.416	2.416	479	0.0	
10	5.3551	2.719	2.719	900000	0.0	
11	0.0126	3.032	3.032	424	0.0	
12	0.0016	3.922	3.922	313	0.0	
13	1.2865	4.378	4.378	22330	0.0	
14	11.0191	5.057	5.057	2970300	0.0	
15	30.9747	5.233	5.233	5501000	0.0	
16	0.0795	6.051	6.051	13520	0.0	
17	0.0500	10.350	10.350	150	0.0	
18	0.0001	10.722	10.722	154	0.0	

TOTAL 100.0000 17030100

MULTIPLIER: 1.00000

POP: 100 OVERRANGE

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL ACEITE CRUDO

CROMATOGRAMA DEL ACEITE CORRESPONDIENTE A LA SEGUNDA EXTRACCION

CHART SPEED 0.5 CM/MIN
 ATTEN: 64 ZERO: 54 5 MIN/TICK

START INJECT

1.207
 1.813
 2.441
 3.120

6.093
 9.045
 10.000

START RESET

TITLE: DET. DE ACIDOS GRASOS EST. NET.

3:12 6 SEP 81

CHANNEL 001 2

SAMPLE: ACEITE-YUCA

METHOD: FID01.FID

PKT#	PKT#	RESULT	TIME	AREA	%
NO	NAME		MIN.	COUNTS	AREA
1		0.0050	0.150	953	0.00
2		57.0700	0.417	9437210	99.99
3		0.0050	1.207	861	0.00
4		0.0050	1.813	15723	0.01
5		0.0011	2.216	178	0.00
6		0.0010	2.441	164	0.00
7		4.3645	2.753	635421	6.60
8		0.0095	3.120	1613	0.01
9		1.0020	4.436	178450	1.85
10		10.0950	5.071	1046290	10.93
11		28.4900	6.356	4319360	45.00
12		0.0025	8.093	11405	0.12
13		0.0045	9.045	1052	0.01
14		0.0007	10.000	103	0.00

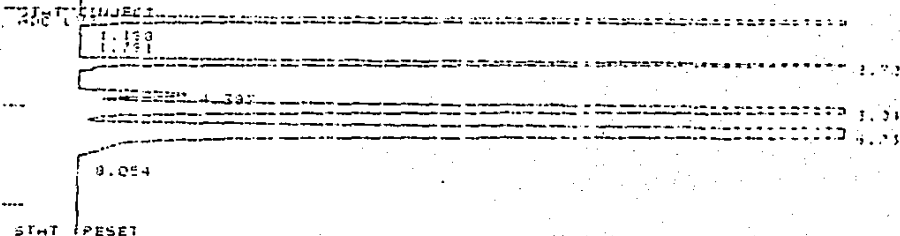
TOTALS: 100.0000 16397100

MULTIPLIER: 1.0000

EXPORS:
 ADC OVERANGE

CROMATOGRAMA CORRESPONDIENTE AL ACEITE DE LA TERCERA EXTRACCION

CHAPT SPEED 10.5 CM/MIN
 ATTEN: 64 SERO: 54 1 MIN/TICK



TITLE: DEP. DE HIDROS GF-103-EST. (NET.)

DATE: 16 SEP 69

CHANNEL NO: 2

SAMPLE: ACEITE YUCH

METHOD: PPO/MTSP/

PEAK NO	PEAK NAME	RESOL	TIME	AREA	SP
1		45.3-13	0.412	4215380	0.05
2		0.0048	1.130	1827	7
3		0.0-31	1.131	3335	7
4		9.4150	2.723	1094260	0.7
5		1.3591	4.347	349513	0.7
6		13.0026	5.049	60382570	0.7
7		34.3268	6.256	6022590	0.7
8		0.0772	8.054	14005	7

TOTALS:

100.0000

1812780

MULTIPLIER: 1.00000

EFFICIENCY:

NO OVERRANGE

TIC

Su mejor elección

ACEITES TIPOS TONSIL	Supreme-FF		Acilsil-FF		O. Extra-FF		Optimum-FF		L80-FF		L82S		A		SORBAMOL		Standard*		COG*		AC*		ACC*	
Acidos grasos		ΔΔ	ΔΔ											ΔΔ										
*Ajonjolí						ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ														
Algodón		ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ												ΔΔ								ΔΔ
Almendra de Palma						ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ						ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			
Azulre										ΔΔ														
Canola	ΔΔ	ΔΔ				ΔΔ																		
Carnauba		ΔΔ	ΔΔ																					
*Cártamo						ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ														
Coco		ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ						ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Girasol		ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ									ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Hidrogenados						ΔΔ	ΔΔ						ΔΔ											
Jajoba	ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ																					
Linaza						ΔΔ										ΔΔ				ΔΔ				
Maíz		ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ											ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Maní		ΔΔ				ΔΔ										ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Mineral		ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ										ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Nabo						ΔΔ										ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ			ΔΔ
Palma	ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ									ΔΔ	ΔΔ										
Parafinas		ΔΔ	ΔΔ							ΔΔ														
Pescado	ΔΔ					ΔΔ	ΔΔ									ΔΔ				ΔΔ			ΔΔ	ΔΔ
Ricino		ΔΔ				ΔΔ										ΔΔ								ΔΔ
Rolado		ΔΔ					ΔΔ													ΔΔ				
Sebo	ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ													ΔΔ								
Semilla de Uva		ΔΔ																						
Soya		ΔΔ	ΔΔ	ΔΔ												ΔΔ	ΔΔ				ΔΔ	ΔΔ		ΔΔ
Transformador		ΔΔ					ΔΔ			ΔΔ														

*De Sued Chemie, A.G.

DATOS TECNICOS



TIPO: OPTIMUM-FF

Es una arcilla montmorillonítica activada por medio ácido recomendada para usarse en el procesamiento de aceites vegetales y marinos. Tonsil Optimum FF es bien conocida por su versatilidad de aplicaciones, destacando aquellas en donde se requiere alta eficiencia de adsorción, sin provocar aumentos en los ácidos grasos libres.

La distribución del tamaño de partícula de esta arcilla asegura una excelente velocidad de filtración.

PROPIEDADES TÍPICAS

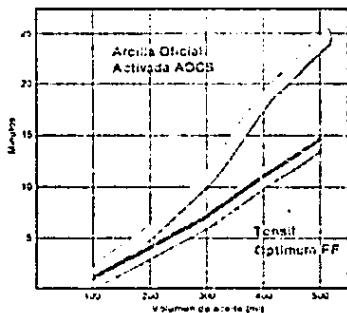
Análisis Químico

% en peso, base seca

SiO ₂	68
Al ₂ O ₃	10
Fe ₂ O ₃	5
MgO	3
CaO	2
K ₂ O	2
Na ₂ O	2
Pérdida por calcinación	3

Humedad libre (al envasar)	8-10%
pH (Suspensión 10%)	3.5
Acidez residual (Fen. NaOH % en peso) D.	25
Superficie Especifica m ² /g (B.E.T.)	190
Tamaño de partícula (% en peso)	
+ 200 mallas (74 micrones)	15
+ 230 mallas (63 micrones)	20
+ 325 mallas (43 micrones)	35
- 325 mallas (43 micrones)	65

VELOCIDAD DE FILTRACION



Retención de aceite: Variable, dependiendo del equipo y condiciones de operación.

Densidad aparente 550 g/l
Densidad asentada 650 g/l

Envasado
25 Kg. netos en sacos de papel Kraft de 4 capas, unitizados en paletas de 1000 Kg.