

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



Universidad de El Salvador

Hacia la libertad por la cultura

PROPUESTA DE UN MÉTODO PARA LA NEUTRALIZACIÓN QUÍMICA
DEL ACEITE DE SOYA CRUDO DESGOMADO UTILIZANDO
SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO.

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR
CLAUDIA CECILIA CONTRERAS

16 DE FEBRERO
DE 1841
PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA

MAYO 2006
SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTROAMERICA



©2004, DERECHOS RESERVADOS

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Rectora

Dra. María Isabel Rodríguez

Secretaria General

Licda. Alicia Margarita Rivas de Recinos

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

Decano

Lic. Salvador Castillo Arévalo

Secretaria

MSc. Miriam Ramos de Aguilar

COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN

Coordinadora General

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

Asesora de Área de Industria Farmacéutica, Cosmética y Veterinaria.

Licda. Mercedes Rossana Bríto de Gamez

Asesora de Área de Alimentos: Fisicoquímico.

Ing. Rina Lavinia Hidalgo de Medrano

Docentes Directores

Ing. Jesús Ernesto Dueñas

Licda. Dinorah de Lainez

Ing. Julia Amalia Nuila de Mejía

AGRADECIMIENTO

* **A Dios todopoderoso**, por haberme brindado la fuerza, la sabiduría y el empuje cuando muchas veces sentía desfallecer, gracias por que nunca permitiste que el cansancio y los problemas fueran mas fuertes que el coraje y el deseo de llegar a mi meta.

* **A mi hermana, Lucia del Carmen Contreras de Rodríguez**, por creer en mis sueños, y ayudarme con su panadería a realizarlos, gracias por que nunca recibí un trato de empleada, sino al contrario como una hermana a la que sin ninguna reserva remunerabas muy generosamente.

* **Al ingeniero Jesús Ernesto Dueñas**, por ser no solo un excelente asesor sino un magnifico profesor, por la confianza que depositó en mí al proporcionarme este trabajo de investigación y hacerme sentir en todo momento la convicción que contaba con todos las herramientas proporcionadas en mi carrera de Química y Farmacia para realizar exitosamente este trabajo.

* **A la Ingeniero Julia Amalia Nuila de Mejía**, por su tiempo, su entrega y dedicación, por haber sido una excelente asesora, maestra, que me enseñó no solo diseño estadístico sino también, que los verdaderos sabios son los más humildes.

* **A la licenciada Dinorah de Lainez**, por ser mí asesora, mi maestra, por involucrarse con mucha dedicación a mi trabajo de graduación.

* **A la licenciada Odette Rauda**, por todo el apoyo que me ha brindado en mi trabajo de graduación, por sus palabras de fortaleza que me han hecho sentir en todo momento que su único deseo ha sido verme graduada.

* **A licenciada Rocio de Sandoval**, mi profesora de control de calidad I y II por haberme ayudado en forma desinteresada en la parte de cálculos de análisis de este trabajo de graduación.

* **A Licenciada Marta Hilda de flamenco**, por el tiempo que me dedico para explicarme el comportamiento químico de las sustancias inorgánicas (solución de silicato de sodio) en este trabajo de tesis.

* **A los miembros del jurado**, por sus valiosos aportes y tiempo dedicado a la revisión de este trabajo.

* **Al personal de Summa industrial**, que siempre me proporcionaron todo lo necesario para realizar este trabajo, especialmente a niña Gladis que me enseñó sin ningún vacío todos los análisis realizados a los aceites y a la

licenciada Carolina Turcios por comportarse como una compañera de tesis que siempre me ayudó en todo lo que estaba a su alcance.

* **Al personal del laboratorio de agrícola del CENTA**, que me atendieron y brindaron todo lo necesario para realizar las pruebas de fósforo.

DEDICATORIA

* **A Dios**, por su respaldo en toda mi carrera; ya que nunca estuve sola siempre conté con el apoyo de mi padre del cielo.

* **A mi hermana Lucia del Carmen Contreras**, por darme la oportunidad de ser parte de su panadería; que fué un medio de bendición que Dios utilizó para poder realizar mi sueño de convertirme en una profesional.

* **A mis profesores de mi carrera de Química y Farmacia**, sin excluir a ninguno, especialmente a licenciada Rocío de Sandoval por haberme dado palabras de aliento cuando sentía que no podía concluir mi carrera; siempre estuvo ahí para brindarme una mano amiga y hacerme sentir que confiaba en la capacidad intelectual que Dios me ha dado, a licenciada Rossana Brito de Gamez, licenciado René Soriano de tecnología farmacéutica, a todas mis profesoras de farmacología, a Licenciada Dinorah de Lainez, ingeniero Joaquín Barrientos, a licenciada milagros de Flores, licenciada Mirna Sorto y a todos en general, por que sin su comprensión y apoyo nunca hubiera llegado a mi meta.

* **A mi compañera y amiga Claudia Canales Burgos**, por ayudarme a estudiar, por darme apoyo y palabras que me ayudaban a seguir adelante.

* **A la licenciada María Luz Sermeño**, por su amistad desinteresada, por las palabras sabias que me sirvieron de motor para continuar y finalizar mi trabajo de graduación.

* **A otros**, que igual que yo no cuentan con los recursos económicos, ni el apoyo sólido de sus familias. Quiero decirles que aunque otros no crean en sus sueños, si ustedes están plenamente unidos a sus metas; Dios todo poderoso les mostrará puertas de oportunidades que con mucho trabajo y dedicación les servirán para alcanzar sus objetivos, solo ánimo en la vida todo tiene su recompensa.

INDICE GENERAL

RESUMEN	Pág
Capitulo I	
1.0 Introducción	xxx
Capitulo II	
2.0 Objetivo General	
2.1 Objetivos Específicos	
Capitulo III	
3.0 Marco Teórico	34
3.1 Generalidades del frijol de soya	35
3.1.1 Fríjol de soya	35
3.2 Generalidades del aceite de soya	35
3.2.1 Composición química del aceite de soya	36
3.2.2 Extracción del aceite de soya	37
3.2.3 Ventajas y desventajas	38
3.3 Refinación del aceite de soya	39
3.3.1 Neutralización del aceite de soya	42
3.3.1.1 Fórmula empleada para neutralizar	42
3.3.1.1.1 Determinación del factor de soda cáustica	43

3.3.1.1.2 Determinación del porcentaje de hidróxido de sodio en la soda cáustica	44
3.3.1.2 Etapas de la neutralización	46
3.4 Control de calidad en aceite de soya	47
3.4.1 Análisis de control de rutina	47
3.5 Procesos alternativos para la neutralización	48
3.5.1 Refinación tradicional	49
3.5.2 Refinación física	50
3.5.3 Refinación con potasa cáustica	50
3.5.4 Refinación orgánica	52
3.5.5 Refinación con silicato de sodio	53
Capitulo IV	
4.0 Diseño Metodológico	56
4.1 Investigación bibliográfica	57
4.2 Investigación de campo	57
4.2.1 Tipo de estudio	57
4.2.2 Obtención de la muestra	58
4.3 Diseño estadístico	59
4.4 Parte experimental	67
4.4.1 Reactivos	67
4.4.2 Materiales	67

4.4.3 Adaptación de la fórmula porcentaje de tratamiento para ser empleada con solución de silicato de sodio.	67
4.4.3.1 Determinación del factor para silicato de sodio	69
4.4.3.2 Determinación del exceso de solución de silicato de sodio.	70
4.4.3.3 Determinación del porcentaje de silicato de sodio puro en las soluciones preparadas en grados baumé	71
4.4.3.4 Determinación de la acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado	78
4.4.4 Aplicación práctica de la fórmula porcentaje de tratamiento adaptada	79
4.4.5 Determinación del porcentaje del pre-tratamiento del aceite de soya con ácido fosfórico concentrado	80
4.4.6 Proceso experimental para realizar la neutralización del aceite de soya crudo desgomado.	81
4.4.7 Metodologías de análisis para determinar fosfátidos, acidez, jabón, pérdida por refinación y color	83
4.4.7.1 Determinación de fosfátidos	83
4.4.7.2 Determinación de acidez	83
4.4.7.3 Determinación de jabón	84

4.4.7.4 Determinación de pérdida por refinación	84
4.4.7.5 Determinación de color	84
4.4.8 Cálculos	86
Capitulo V	
5.0 Resultados e interpretaciones	107
5.1 Prueba de homogeneidad de varianza.	107
5.1.1 Cálculo del valor de Cochran calculado	108
5.1.2 Calcular el valor de Cochran tabla	112
5.1.3 Comparación del valor de Cc con el valor de Ctab.	112
5.2 Análisis de varianza (ANVA) usando el programa MSTATC.	112
5.2.1 Crear el archivo de datos por medio del ayudante MST.	113
5.2.2 Prueba de Duncan.	114
5.3 Análisis e interpretación de los resultados para la variable fosfátidos.	114
5.3.1 Análisis e interpretación de los resultados para fosfátidos con ácido fosfórico.	114
5.3.2 Análisis e interpretación de los resultados para fosfátidos con solución de silicato de sodio.	117
5.3.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción entre ambos factores para fosfatidos.	118

5.4 Análisis e interpretación de los resultados para la variable acidez.	120
5.4.1 Análisis e interpretación de los resultados para la acidez con ácido fosfórico.	120
5.4.2 Análisis e interpretación de los resultados para la acidez con solución de silicato de sodio	122
5.4.3 Análisis e interpretación de los resultados de la Interacción entre ambos factores para la variable acidez.	124
5.5 Análisis e interpretación de los resultados para la variable jabón.	125
5.5.1 Análisis e interpretación de los resultados para la variable jabón con ácido fosfórico	125
5.5.2 Análisis e interpretación de los resultados para la variable jabón con solución de silicato de sodio.	127
5.5.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción entre ambos factores para la variable acidez.	128
5.6 Análisis e interpretación de los resultados de la variable pérdida por refinación	129
5.6.1 Análisis e interpretación de los resultados para la pérdida por refinación con ácido fosfórico.	129
5.6.2 Análisis e interpretación de los resultados para la pérdida por refinación con soluciones de silicato de sodio.	131

5.6.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción entre ambos factores en la pérdida por refinación.	132
5.7 Análisis e interpretación de los resultados para la variable color rojo.	133
5.7.1 Análisis e interpretación de los resultados para el color rojo con ácido fosfórico y solución de silicato de sodio.	133
5.7.2 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción entre ambos factores para la variable color rojo.	135

Capítulo VI

6.0 Conclusiones

Capítulo VII

7.0 Recomendaciones

Bibliografía

Glosario

Anexos

INDICE DE ANEXOS

Anexos Nº

- 1.Reactivos.
- 2.Equipo y cristalería.
- 3.Certificado de análisis del silicato de sodio a 50° Be.
- 4.Composición del silicato de sodio líquido alcalino a 50° Be.
- 5.Fluograma de una planta de extracción.
- 6.Utilización de la refinación química vrs física.
- 7.Control de calidad para aceite de soya crudo desgomado.
- 8.Método de análisis para determinar alcalinidad como oxido de sodio en
silicatos de sodio.
- 9 Metodología de análisis para determinar color.
10. Metodología de análisis para determinar fosfátidos en aceite.
11. Metodología de análisis para determinar ácidos grasos libres en aceite.
12. Metodología de análisis para determinar jabón.

13. Procedimiento para determinar pérdida por refinación.
14. Resultados de los análisis realizados a las doce muestras de aceite de soya para evaluar contenido de fosfátidos, acidez, jabón, pérdida por refinación y color.
15. Preparación y estandarización del hidróxido de sodio a 0.1N.
16. Preparación y estandarización del ácido clorhídrico 0.01N.
17. Preparación y estandarización del ácido clorhídrico 0.5N.
18. Preparación de las soluciones TS.
19. Especificaciones del colorímetro.
20. Fríjol de soya.
21. Aceite de soya.

INDICE DE TABLAS

Tabla №	Pag.
1. Composición de los ácidos grasos del aceite de soya crudo	36
2. Porcentaje de ácidos grasos monoinsaturados, saturados y poliinsaturados en el aceite de soya	36
3. Componentes del aceite de soya crudo y refinado	37
4. Contenido de impurezas de pigmentos en aceite de soya crudo	41
5. Medidas de la concentración de hidróxido de sodio a diferentes grados baumé.	44
6. Análisis de rutina en cada etapa de refinación	48
7. Especificaciones durante el proceso.	48
8. Valores experimentales de acidez del aceite neutralizado con solución de silicato de sodio a 22° Be.	71
9. Volumen de solución de silicato de sodio a 50° Be necesarios para preparar las soluciones de silicato de interés.	75

10. Porcentaje de óxido de sodio presente en las soluciones de silicato de sodio a los grados baumé en estudio.	76
11. Porcentaje de óxido de silicio presente en las soluciones de silicato de sodio en estudio.	77
12. Porcentaje de silicato de sodio presente en las soluciones preparadas a los grados baumé de interés.	78
13. Descripción de los elementos de la fórmula porcentaje de tratamiento adaptada para silicato de sodio.	79
14. Cantidades en gramos de solución de silicato de sodio necesarios para neutralizar 100 gramos de aceite de soya.	80
15. Porcentajes de pretratamiento con ácido fosfórico.	81
16. Valores de absorbancia de los estándares de fosfato dihidrogeno para preparar curva de calibración.	102
17. Valores de absorbancia de los doce tratamientos del aceite de soya neutro para determinar fosfátidos.	103

INDICE DE CUADRO

Cuadro Nº	Pág
1. Descripción de los porcentajes de ácido fosfórico concentrado.	60
2. Descripción de las soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé.	60
3. Combinación de los niveles de los factores A y S.	61
4. Matriz de datos del diseño completamente al azar con arreglo factorial 3 x 4.	63
5. Tabla de ANVA para un diseño completamente al azar en un arreglo factorial 3 x 4 y sus fuentes de variación.	64

INDICE DE TABLAS ESTADISTICAS

Tabla №	Pág
18. valores de Cochran calculados para las variables en estudio.	109
19. Valores de varianza de los tratamientos en estudio para la variable, fosfátidos; para evaluar el supuesto de homogeneidad de varianza dentro de los tratamientos.	109
20. Valores de varianza de los tratamientos en estudio para la variable áidez; para evaluar el supuesto de homogeneidad de varianza dentro de los tratamientos.	110
21. Valores de varianza de los tratamientos en estudio para la variable jabón para evaluar el supuesto de homogeneidad de varianza dentro de los tratamientos.	110
22. Valores de varianza de los tratamientos en estudio para la variable pérdida por refinación para evaluar el supuesto de homogeneidad de varianza dentro de los tratamientos.	111

23. Valores de varianza de los tratamientos en estudio para la variable color rojo para evaluar el supuesto de homogeneidad de varianza.	111
24. Análisis de varianza (ANVA) para la variable fosfátidos.	116
25. Prueba de Duncan para el factor ácido fosfórico, para la variable fosfátidos.	117
26. Prueba de Duncan para el factor solución de silicato de sodio para la variable fosfátidos.	118
27. Cuadro de doble entrada A X S para la variable fosfátidos expresada en porcentaje.	119
28. Análisis de varianza (ANVA) para la variable acidez.	122
29. Prueba de Duncan para el factor ácido fosfórico, variable acidez.	122
30. Prueba de Duncan para el factor solución de silicato de sodio para la variable acidez.	123
31. Cuadro de doble entrada A X S para la variable acidez.	124

32. Análisis (ANVA) de variable jabón.	126
33. Prueba de Duncan para el factor ácido fosfórico, variable jabón.	127
34. Prueba de Dunca para el factor soluciones de silicato de sodio para la variable jabón.	128
35. Cuadro de doble entrada A X S para la variable jabón	128
36. Análisis de varianza para la variable pérdida por refinación.	130
37. Prueba de Duncan para el factor ácido fosfórico, para la variable pérdida por refinación.	131
38. Prueba de duncan para el factor solución de silicato de sodio para la variable pérdida por refinación	131
39. Cuadro de doble entrada A X S para la variable pérdida por refinación	132
40. Análisis de varianza para la variable color rojo	134
41. Prueba de Duncan para el factor ácido fosfórico, para la variable color.	135

42. Prueba de Duncan para el factor silicato de sodio, para la variable color. 135
43. Cuadro de doble entrada A X S para la variable color rojo. 136



INDICE DE FIGURAS

Figura Nº	Pág
1.Interacción A x S para la variable fosfátidos	120
2.Interacción A X S para la variable acidez	125
3.Interacción A X S para la variable jabón	129
4.Interacción A X S para la variable pérdida por refinación	133
5.Interacción A X S para la variable color	136

ABREVIATURAS

A.O.C.S = Por sus siglas en ingles, la American Oil Chemist's Society.

ANVA = Análisis de varianza.

a.v = Índice de anisidina.

a.s.c.d = Aceite de soya crudo desgomado.

Ac.fos.con = Ácido fosfórico concentrado.

° Be = Grado baumé.

CENTA = Centro Nacional de Tecnología Agropecuaria y Forestal.

Cc = Cochran calculado.

Ctab = Cochran tabla.

F. F. A = Por sus siglas en ingles, fat free acids / ácidos grasos libres.

FAC = Factor del álcalis.

g.l = Grados de libertad.

g. = Gramos

Ho = Hipótesis nula.

H1 = Hipótesis de trabajo.

I.V = Índice de yodo.

kg. = Kilogramos.

mx = Muestra.

P.V = Índice de peróxido.

PR = Pérdida por refinación.

R.B.D = Refinado, blanqueado y desodorizado.

SiSo = Silicato de sodio.

%Tx = Porcentaje de tratamiento.

∞ = Grado de significancia.

RESUMEN

La soya es una leguminosa con muchas propiedades especialmente nutritivas, de ésta se extrae especialmente la proteína que se encuentra en un porcentaje del 30- 40% y el aceite en un porcentaje 17-25%.

El aceite es extraído de la semilla en forma cruda y debe pasar por varios procesos para su purificación y utilización, uno de ellos es la neutralización.

¿Qué es la neutralización?, es un proceso industrial que tiene como finalidad disminuir el porcentaje de ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya, utilizando generalmente soluciones de hidróxido de sodio preparadas en grados baumé. Para realizar el proceso de neutralización las industrias aceiteras necesitan tener dentro de sus instalaciones, equipos sofisticados para realizar dicha operación, nuestras industrias aceiteras salvadoreñas en su mayoría, no cuentan con esa tecnología; y se ven en la necesidad de comprar el aceite de soya ya neutralizado, aumentando sus costos de producción; para solventar este inconveniente se propone un método de neutralización en el cual no se necesita para su ejecución el uso de equipos costosos.

El método consiste en preparar soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé para llevar a cabo la neutralización de los ácidos grasos libres del aceite, la metodología consistió en neutralizar 12 tratamientos (500 gramos) de aceite a los que previamente se les agregó un pre-tratamiento con tres dosis diferente de ácido fosfórico (0.03, 0.04 y 0.05%) con el objetivo de disminuir el porcentaje de fosfátidos en el aceite porque estos bajan la calidad del mismo

además son considerados catalizadores tóxicos de los procesos de neutralización, al aceite obtenido después del proceso de neutralización se le hicieron los análisis químicos siguientes: Color, fosfátidos, acidez, jabón y pérdida por la refinación. El color es un parámetro que no es afectado muy marcadamente por el proceso de neutralización si no por los procesos de blanqueado y desodorizado.

Este método de neutralizar ácidos grasos utilizando soluciones de silicato de sodio, es factible porque no necesita de centrifugadoras para separar el material de reacción (jabón), ya que gracias a la propiedad aglutinante que poseen los silicatos, forma un jabón que puede separarse por filtración o por decantación ahorrando el uso de equipo costoso⁽¹⁰⁾.

Finalmente se puede decir que este trabajo de investigación no es el final de una propuesta de un método para neutralizar aceite de soya, sino al contrario es el inicio de muchos trabajos de investigación futuros. Por lo que se recomienda normalizar este método para ser utilizado en las refinación de los aceites vegetales de cualquier origen.

INTRODUCCIÓN.

La grasa y aceites vegetales son importantes y esenciales para la nutrición humana como fuente de energía concentrada y para el aprovechamiento de vitaminas liposolubles y ácidos grasos esenciales. Algunas de ellas se consumen directamente de la fuente de origen y otras tienen que ser industrializadas para adecuarlas al consumo humano. Este es el caso del aceite de soya. (Ver anexo 5 y 6).

En la actualidad en El Salvador no se cultiva esta oleaginosa, para fines de extracción las empresas dedicadas a la producción de aceites y grasas vegetales importan el 100% de su producción. Entre los aceites líquidos el que se importa en mayor cantidad es el aceite de soya, seguido por la oleína de palma, aceite girasol y de maíz. En el caso particular del aceite de soya se importa de dos maneras: Con la calidad de crudo desgomado, por el cual se paga un impuesto del 0% de su valor y el refinado o semirrefinado que tiene de arancel el 15%.

Es por este motivo que las industrias aceiteras locales necesitan tener instalado dentro de sus fábricas o plantas, tecnología para la neutralización química (refinación cáustica) del aceite de soya.

En el presente proyecto de investigación, se propone un método de refinación química utilizando una solución de silicato de sodio con el objetivo de colaborar con las industrias aceiteras, ya que es un método que resulta factible de aplicar con los recursos de maquinarias que se cuentan en nuestro país. Para evaluar la calidad del aceite neutralizado con dicho método se realizaron ensayos químicos tales como: Color, jabón, fosfátidos, acidez y pérdida por refinación.

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS

2.0 Objetivo General.

Proponer un método para la neutralización química del aceite de soya crudo desgomado utilizando una solución de silicato de sodio.

2.2 Objetivos Específicos.

2.2.1 Encontrar por medio de la experimentación el porcentaje de ácido fosfórico necesario para llevar a cabo el pre-tratamiento del aceite de soya crudo desgomado.

2.2.2 Determinar la concentración de la solución de silicato de sodio requerida para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya crudo desgomado.

2.2.3 Calcular por diferencia de peso la pérdida del aceite después del proceso de neutralización.

2.2.4 Evaluar la calidad del aceite obtenido después de la neutralización por medio de análisis físicos y químicos como son: color, jabón, acidez y fosfátidos.

CAPITULO III
MARCO TEÓRICO

3.0 MARCOTEORICO

3.1 GENERALIDADES DEL FRÍJOL DE SOYA.

La soya, es una planta leguminosa de la sub-familia de las papilonoidea y del grupo de las faseolaseas. La soya es originaria de China, su utilización por parte del hombre se remonta probablemente al siglo XV antes de Cristo, sin embargo sólo comenzó a cultivarse a nivel internacional durante este siglo cuando la semilla fue introducida por primera vez en los EE.UU. para ser utilizada, a nivel industrial. Luego se le introdujo en Europa y en Sudamérica. ⁽¹⁾

3.1.1 Fríjol de Soya.

Luego de la floración, la primera etapa es la formación del fruto, seguida por el desarrollo de una vaina conteniendo de 1a 4 semillas; como cualquier otro cultivo leguminoso, la semilla de soya está esencialmente compuesta de una cubierta suave (cáscara) y un embrión. Generalmente su diámetro varía entre 5 y 10 mm y su peso (dependiendo de la variedad entre 50 y 400 gramos), la forma de la semilla varía según los cultivos. ⁽¹⁾

3.2 GENERALIDADES DEL ACEITE DE SOYA. ⁽¹⁾

El aceite de soya es uno de los más importantes aceites vegetales producidos en el mundo, debido a su excelente calidad y oferta disponible.

El aceite de soya tiene color amarillo, a veces rojizo cuando es fresco y su olor es muy pronunciado, parecido al olor a pescado. Se clasifica en la categoría de los aceites semi-secantes, esto se comprueba al exponerlo al aire en una capa delgada, se espesa y con el tiempo se recubre de una película sólida.

El aceite extraído de la semilla de soya se obtiene en forma cruda y posteriormente es pasado por un proceso denominado refinación. Su bajo contenido de acidez y otras de sus características lo hacen apropiado para uso comestible. ⁽¹⁾

3.2.1 Composición química del aceite de soya.

TABLA 1. COMPOSICIÓN DE LOS ÁCIDOS GRASOS DEL ACEITE DE SOYA CRUDO. ⁽¹⁾

COMPONENTE ÁCIDO	COMPOSICIÓN PORCENTAJE EN PESO
SATURADO	
Láurico	0.1
Mirístico	0.2
Palmítico	10.7
Esteárico	3.9
Araquidónico	0.2
NO SATURADOS	
Oleico	22.8
Linoleico	50.8
Linolénico	6.8

TABLA Nº 2. PORCENTAJE DE ÁCIDOS GRASOS MONOINSATURADOS, SATURADOS Y POLIINSATURADOS EN EL ACEITE DE SOYA. ⁽¹³⁾

SATURADO	MONOINSATURADO	POLIINSATURADOS
15%	24%	61%

TABLA № 3. COMPONENTES DEL ACEITE DE SOYA CRUDO Y REFINADO.

(1)

COMPONENTE	ACEITE CRUDO	ACEITE REFINADO
TRIGLICÉRIDOS (1%)	95-97	> 99
FOSFÁTIDOS (%)	1.5 – 2.5	0.003-0.045
MATERIAL INSAPONIFICABLE (%)	1.6	0.3
ESTEROLES (%)	0.33	0.13
TOCOFEROLES (%)	015 – 0.21	0.11-0.18
HIDROCARBUROS (ESCUALENO)%	0.014	0.01
ÁCIDOS GRASOS LIBRES (%)	0.3 – 0.7	< 0.05
RESTOS DE METALES		
HIERRO (ppm)	1.30	0.10 - 0.30
COBRE (ppm)	0.03 – 0.05	0.02 - 0.06

3.2.2 Extracción del aceite de soya por solvente.⁽¹⁾

La preparación de la soya para la extracción con solvente, es generalmente un proceso de tres pasos que incluye:

1. El acondicionamiento: El propósito del acondicionamiento es ablandar las semillas para minimizar la generación de finos durante el cocinado
2. La formación de láminas: La extracción del aceite se facilita mediante la reducción de las semillas a partículas pequeñas. El laminado es un proceso que consiste en hacer pasar el material por rodillos y transformarlo en hojuela de 0.2 – 0.4 mm de grosor.

3. El cocinado: Se realiza para coagular la proteína y reducir la viscosidad del aceite, lo cual facilita la extracción del mismo, el cocinado generalmente se realiza con hornos rotativos u hornos digestores.

Una vez realizados los tres pasos anteriores, las oleaginosas preparadas, son luego prepresadas en prensas mecánicas, la torta de prepresado o las láminas, son lavadas con solvente (hexano), que disuelve el aceite del material sólido. El aceite es desolventizado en evaporadores calentados a vapor, el material sólido es destilado por arrastre de vapor utilizando un desolventizador–tostador. Y el solvente utilizado es destilado para su reutilización.

3.2.3 Ventajas y desventajas del aceite de soya.⁽¹⁾

VENTAJAS:

- Su alto nivel de insaturación.
- El aceite permanece líquido por encima de una variación de temperatura relativamente amplia.
- Puede ser hidrogenado selectivamente.
- Cuando es parcialmente hidrogenado puede ser utilizado como un aceite semi-sólido fluído.
- Los fosfolípidos, restos de metales y jabones que se encuentran en el aceite pueden ser removidos sin mucha dificultad.
- La presencia de antioxidantes naturales (tocoferoles) contribuye a su estabilidad.

DESVENTAJAS.

- Los fosfátidos se encuentran presentes en cantidades relativamente altas (superiores 2%) y deben de ser eliminados en el procesamiento (refinación) del aceite.
- El aceite contiene niveles relativamente altos (7 – 8%) de ácido linolénico) el cual es responsable de la reversión de su sabor u olor.

Algunas de estas desventajas sin embargo, son contrarrestadas por el hecho de que las “gomas” recuperadas constituyen la fuente para la obtención de la lecitina comercial y mediante la hidrogenación selectiva y parcial del aceite, la concentración del ácido linolénico puede ser reducida a menos del 3%, dando como resultado un considerable aumento de la estabilidad.

3.3 REFINACIÓN QUÍMICA DEL ACEITE DE SOYA.⁽²²⁾

Existen dos conceptos diferentes de refinación química, los cuáles son: El concepto desde el punto de vista Europeo y el Americano; los cuales diferenciaremos seguidamente:

Concepto Americano: Este Consiste en agregar al aceite crudo o crudo desgomado, una cantidad dosificada de una solución neutralizante (generalmente hidróxido de sodio) para neutralizar los ácidos grasos libres, con el objetivo de disminuir la acidez del aceite. Y luego, el aceite refinado es

sometido a otras etapas independientes de la refinación como lo son: El blanqueado y el desodorizado para su posterior envasado.

Concepto Europeo: Este concepto de refinación involucra básicamente el tratamiento del aceite, pasando por los siguientes procesos:

1. Desgomado: Como es de nuestro conocimiento los aceites crudos de soya contienen un nivel relativamente alto de fosfátidos; aproximadamente 500 y 1000 partes por millón (ppm) que se subdividen en fosfátidos hidratables y no hidratables. Para eliminarlos, el proceso generalmente consiste en tratar al aceite crudo con una cantidad limitada de agua, para hidratar los fosfátidos, que luego son separados por centrifugación. En este proceso se eliminan el 90% de los fosfátidos presentes en el aceite de soya, que se denominan hidratables, sin embargo el otro 10% de fosfátidos que no se remueven son los no hidratables, los cuales son sales de calcio y de magnesio; estos sólo serán removidos utilizando ácido fosfórico al 85% o ácido cítrico concentrado, en un porcentaje de tratamiento de 0.01-1%.⁽⁸⁾

La importancia de eliminar los fosfátidos, es de obtener un aceite crudo desgomado de buena calidad. Dicha importancia se comprueba al contar con un material limpio, para los posteriores procesos de blanqueo, hidrogenado y desodorizado; debido a que los fosfátidos son considerados catalizadores tóxicos en el proceso de hidrogenación, dañando además la superficie de los equipos.⁽¹⁾

2. Neutralizado: Consiste en agregar una sustancia neutralizante de carácter básico al aceite, generalmente solución de hidróxido de sodio. Para disminuir su acidez con las menores pérdidas del aceite ⁽¹⁾

3. Blanqueado: Este término se refiere al proceso de eliminación de sustancias coloreadas, normalmente se realizan después de la neutralización. Este paso consiste en agregar material con propiedades adsorventes al aceite con el objetivo de adsorber las sustancias productoras de color, como lo son: La clorofila, fosfátidos remanentes, metales y jabón.

El material más ampliamente utilizado es la arcilla o tierra de blanqueo, dicha sustancia está constituida principalmente por silicato de aluminio hidratado; también se emplean, aunque en grado limitado la sílica gel y el carbón activado.

TABLA № 4. CONTENIDO DE IMPUREZAS DE PIGMENTOS EN ACEITE DE SOYA CRUDO. ⁽⁸⁾

COMPONENTE	PARTES POR MILLÓN
CAROTENOIDES (PIGMENTO ROJO-NARANJA)	40-50 ppm
CLOROFILA/FOEFITINAS (PIGMENTOS VERDES)	1-2 ppm

4. Desodorizado: La desodorización de los aceites, es un proceso de destilación, que tiene por objeto, la eliminación de sustancias que comunican a los aceites sabores y olores desagradables como lo son: Ciertas cetonas, aldehídos, hidrocarburos no saturados, estos elementos son eliminados por medio de una corriente de vapor de agua de baja presión.

Todos los procesos descritos anteriormente, son necesarios para obtener un aceite de calidad RBD como producto terminado.⁽¹⁾

3.3.1 Neutralización o refinación química del aceite de soya crudo desgomado desde el punto de vista americano.⁽¹⁾

En esta fase se somete el aceite a un tratamiento químico con soluciones preparadas a diferentes grados baumé que pueden ser: Hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, silicatos de sodio, bórax, entre otros. Con el objetivo de disminuir la acidez del aceite a valores que no sobrepasen el 0.05%. (Ver tabla Nº 3).

Tradicionalmente el aceite de soya se refina utilizando soluciones preparadas a diferentes grados baumé de hidróxido de sodio. Para realizar dicha refinación, es necesario dosificar la cantidad de álcalis (hidróxido de sodio) que se requiere para lograr neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya, para ello, se utiliza una fórmula conocida como: Porcentaje de tratamiento.

3.3.1.1 Fórmula empleada para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya utilizando soda cáustica⁽¹⁾

La fórmula utilizada para neutralizar a los ácidos grasos libres se le denomina porcentaje de tratamiento, esta fórmula tiene su aplicación en la refinación del aceite de soya, y se utiliza para encontrar que cantidad de solución de hidróxido de sodio preparada en grados baumé se necesita para

neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya.

Matemáticamente se expresa de la siguiente forma:

$$\%T_x^{(1)} = (FFA) (FAC) + EXCESO / \% NaOH / 100^{(1)}$$

Donde:

%Tx: Porcentaje de solución diluída de hidróxido de sodio necesaria para neutralizar 100 gramos de aceite.

FFA: Acidez inicial del aceite que desea neutralizar (método Ca 5a-40)⁽¹⁹⁾

FAC: Factor del hidróxido de sodio (valor teórico de 0.142)⁽¹⁾

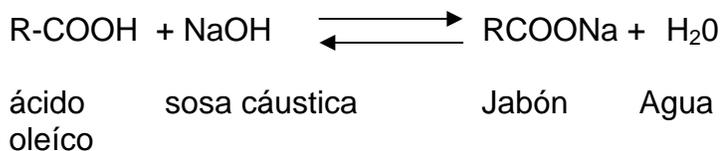
Exceso: Cantidad en exceso de solución diluída de hidróxido de sodio (para aceite de soya crudo 0.12 – 0.15% y para aceite de soya crudo desgomado corresponde a 0.10 – 0.12%)⁽¹⁾

% NaOH: Cantidad de hidróxido de sodio puro presente en las soluciones diluídas de hidróxido de sodio preparadas a diferentes grados baumé.

3.3.1.1.1 Determinación del factor (FAC) para sosa cáustica (NaOH).⁽²²⁾

Para encontrar el factor (FAC) del hidróxido de sodio que se encuentra en la fórmula porcentaje de tratamiento, se toma como base la reacción estequiométrica que ocurre, entre la sosa cáustica (NaOH) y los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya; para fines de cálculo se toma como referencia el ácido oleico.⁽²²⁾

Reacción de neutralización:



Por estequiometría se tiene, que un mol -gramo de ácido graso libre, es neutralizado por un mol-gramo de NaOH (sosa cáustica) por lo tanto, 40 gramos de sosa (peso molecular - gramo de la sosa), neutralizará a 282 gramos de ácido oleíco (peso molecular - gramo del ácido oleico).

Planteado lo anterior tenemos, que un kilo de ácido graso libre (FFA) necesitará para ser neutralizado $40/282 = 0.142\text{Kg}$ de sosa = FAC

3.3.1.1.2 Determinación del porcentaje de hidróxido de sodio.⁽²²⁾

Para ello se utiliza una tabla en la cual se encuentra el porcentaje de hidróxido de sodio puro presente en cada solución preparada de hidróxido de sodio a los grados baumé, que va desde 10° Be hasta 30° Be esta información se resume en la tabla siguiente.

TABLA № 5. MEDIDAS DE LA CONCENTRACIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO EN LAS SOLUCIONES A DIFERENTES GRADOS BAUMÉ.⁽²²⁾

GRADO BAUMÉ 15° C	NORMALIDAD	CONTENIDO % NaOH
10	1.64	6.57
12	2.00	8.00
14	2.38	9.50
16	2.76	11.06
18	3.17	12.68
20	3.59	14.36
22	4.02	16.09
24	4.47	17.87

Cont. TABLA № 5.

26	4.92	19.70
28	4.40	21.58
30	5.88	23.50

Para una mayor comprensión de la aplicación práctica de la fórmula porcentaje de tratamiento (%Tx), se tomará el ejemplo explicado en el congreso de Costa Rica a cerca de refinación del aceite de soya, el cual se enuncia de la siguiente forma:⁽²²⁾

¿Cuanto de solución a 12° Be de soda cáustica (hidróxido de sodio) se necesita agregar a un aceite de soya crudo para lograr refinarlo?. Para resolver lo anterior se cuenta con la siguiente información⁽²²⁾

FFA (Acidez inicial del aceite) = 0.41

FAC = 0.142

Exceso de álcalis = 0.12%

Una solución a 12° Be contiene de soda cáustica pura 8% (tabla № 5), aplicando la fórmula de porcentaje de tratamiento y sustituyendo los datos se tiene:

$$\% Tx = (FFA) (FAC) + \text{exceso} / \% NaOH / 100$$

$$\%Tx = (0.41) (0.142) + 0.12 / 8\% / 100$$

$$\%Tx = 2.228\%$$

El valor anterior significa, que se necesita 2.228 gramos de solución de soda cáustica a 12° Be por cada 100 gramos de aceite crudo que se desee refinar.

3.3.1.2 Etapas de la neutralización.⁽¹⁾ (método oficial Ca 5-40⁽¹⁹⁾)

1. Medir al aceite la acidez inicial.
2. Se calienta el aceite a una temperatura de 70 – 80° C.
3. Recibe un pretratamiento con ácido fosfórico concentrado u ácido cítrico en un porcentaje de dosificación con relación al aceite que se esta neutralizando (para 100 gramos de aceite se utiliza un pretratamiento de ácido fosfórico concentrado entre 0.01 a 1%.⁽⁸⁾ Esto se hace con el propósito de eliminar los fosfátidos no hidratados, que no fueron eliminados en el proceso de desgomado).
4. Pasa a un segundo equipo, en el cual se mezcla el aceite de soya con soluciones preparadas a diferentes grados baumé de una sustancia con propiedad neutralizante (generalmente soluciones diluidas de hidróxido de sodio), esta solución antes de agregarla al aceite, debe ser dosificada por medio de una fórmula denominada, porcentaje de tratamiento para soda cáustica (hidróxido de sodio). Ver numeral 3.3.1.1
5. La borra de neutralización que se forma como producto de reacción, se separa por centrifugación del aceite neutro.
6. Para eliminar los residuos de jabón del aceite neutro, este último debe lavarse con agua caliente por lo menos dos veces y los residuos del agua de lavado son nuevamente separados del aceite por una segunda centrifugación.
7. El aceite neutro húmedo, se seca a vapor.
8. Al aceite resultante se le realizan análisis tales como: color, jabón, fosfátidos y ácidos grasos libres.

3.4 CONTROL DE CALIDAD EN EL ACEITE DE SOYA.⁽¹⁾

Al procesar aceites comestibles se debe aceptar el hecho, de que las materias primas, por ser productos naturales, varían con el clima, el método de extracción, las condiciones de almacenamiento, etc. De esta manera la aplicación de condiciones de procesamiento rígidas lleva a la fluctuación de la calidad del producto final o a un menor rendimiento. Esto nos hace asegurar que sólo los análisis frecuentes son capaces de garantizar la calidad. Es necesario que los métodos a implementar sean rápidos, de manera que el personal de producción se encuentre en posición de ejercer un control real, los métodos más usados son los definidos en la “norma Británica” BS 684” o en la Norma American Oil Chemist’s Society (AOCS).

3.4.1 Análisis de control de rutina.⁽¹⁾

Existen un gran número de puntos claves que se tienen en cuenta al supervisar la calidad del aceite durante la refinación, las pruebas más importantes que se realizan son: Ácidos grasos libres (FFA), color en escala lovibond, índice de yodo (IV), humedad e impurezas, % de fosfátidos, jabón. El estado de oxidación del aceite se juzga a partir de los valores de análisis de peróxido (PV) y de Anisidina (AV). La tabla Nº 6 presenta en resumen los análisis más frecuentes:

TABLA 6. ANÁLISIS DE RUTINA EN CADA ETAPA DE REFINACIÓN. ⁽¹⁾

ETAPAS	ANÁLISIS
1. ACEITE CRUDO RECIBIDO	Acidez, color, humedad e impureza, IV, PV, AV
2. ACEITE CRUDO PROCESADO	Ácidez
3. ACEITE LAVADO Y REFINADO	Ácidez, color, jabón
4. ACEITE SECADO Y REFINADO	Ácidez, color, fosfátidos
5. BLANQUEADO	Ácidez, jabón, PV, color y fosfátidos
6. DESODORIZADO	Sabor, PV, AV, porcentaje de ácidez, color.

TABLA 7. ESPECIFICACIONES DURANTE EL PROCESO. ⁽¹⁾

ACEITE REFINADO	ACIDEZ - 0.05%
	JABÓN = 50PPM
ACEITE BLANQUEADO	ACIDEZ = 0.1% PV = CERO JABÓN = CERO
ACEITE DESODORIZADO	ACIDEZ - 0.05% PV = CERO SABOR = SUAVE

3.5 PROCESOS ALTERNATIVOS PARA LA NEUTRALIZACIÓN DEL ACEITE DE SOYA CRUDO DESGOMADO O REFINACIÓN QUÍMICA. ⁽¹³⁾

3.5.1 Refinación tradicional.

La refinación química con sosa cáustica ha sido el método tradicional de purificación para eliminar del aceite de soya y de otros aceites las impurezas indeseables que afectan el sabor, olor, apariencia y estabilidad del producto final. Pero este ha sido el que normalmente causa las mayores pérdidas en el proceso total del aceite; es por eso que el principal objetivo de las industrias

aceiteras, han sido reducir al máximo las pérdidas causadas en el proceso y de ser posible, sustituirlo por un proceso de refinación menos costoso; seguidamente se enunciarán algunas ventajas y desventajas de utilizar el método tradicional de refinación (hidróxido de sodio).

Ventajas

- Se le puede aplicar a aceites con un porcentaje alto de fosfátidos
- Método estandarizado
- Reactivo de fácil acceso y de bajo precio
- Se pueden refinar aceites crudos o crudos desgomados

Desventajas

- Alta Inversión
- Manejo de sosa cáustica en diversas concentraciones
- Alto consumo de agua
- Problemas ambientales y ecológicos
- Pérdida por refinación considerablemente alta.
- Mayores costos de producción.

Los problemas anteriores asociados a la refinación tradicional, llevan a buscar a las industrias aceiteras métodos alternativos para solventar dichos inconvenientes, los cuáles se detallan a continuación.

3.5.2 Refinación física en aceite de soya.

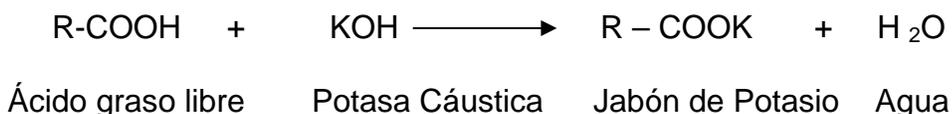
Esta refinación se aplica a aceites con un alto contenido de ácidos grasos libres y que no contengan impurezas excesivas tales como los fosfátidos.

En el caso del aceite de soya, para ser refinado físicamente, tiene que ser sometido a un proceso eficiente y económico de desgomado y/o pretratamiento con ácido fosfórico concentrado o ácido cítrico, a una concentración adecuada. En virtud de que el aceite de soya tiene un alto contenido de goma y normalmente una baja acidez, la razón de considerar la refinación física es principalmente para evitar la etapa de neutralización que se da en la refinación química, ya que esta produce jabón que solo se separa del aceite neutro por medio de centrifugación, obligando a utilizar equipo de producción más sofisticado que incrementando el costo de producción y los problemas de contaminación, asociados con la acidificación de las gomas de neutralización y el desecho de agua de lavado.

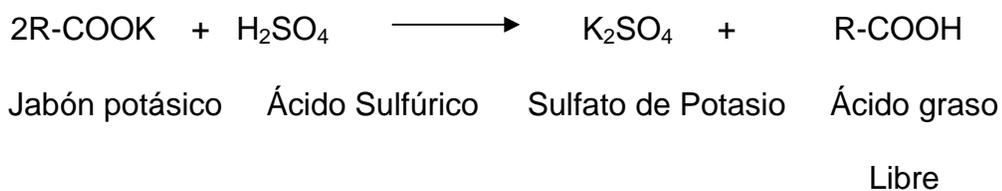
3.5.3 Refinación con potasa cáustica

Este tipo de refinación se sub-divide en tres pasos:

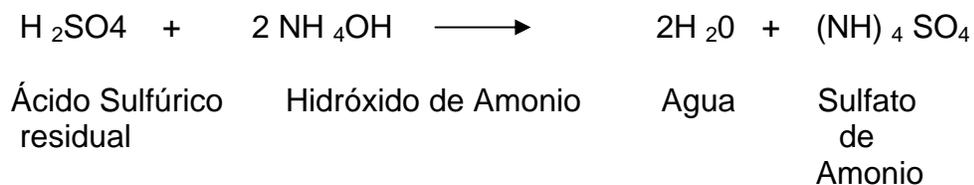
1) Reacción de neutralización



2) Acidulación:



3) Neutralización de efluente ácido:



Al neutralizar el ácido sulfúrico residual con amoniaco en las aguas ácidas procedentes del proceso de acidulación, se forma sulfato de amonio que junto con las sales de potasio y otros nutrientes forman un excelente fertilizante con valor agregado.

Valor Agregado del Fertilizante:

- Contiene los tres nutrientes vegetales primarios: Nitrógeno, fósforo y potasio.
- Contiene tres nutrientes vegetales secundarios: azufre, calcio y magnesio.
- Contiene micronutrientes en trazas: Cobre, hierro, zinc, y otros elementos.

Todos los elementos descritos provienen del aceite y de los reactantes, usados en el proceso (fosfátidos, amoniaco, ácido sulfúrico, potasio cáustico).

Desventajas del método con potasa cáustica:

- Tecnología sofisticada que se resume en una alta inversión de capital.
- Los costos Incrementa por mayor costo del KOH Vrs. NaOH.
- Altas pérdida por refinación.

Ventajas del proceso:

- Reducción por medio de la acidulación, y neutralización de aguas ácidas con amoníaco las cuales no necesitan tener un tratamiento para su eliminación.

3.5.4 Refinación orgánica.

Este proceso fue anunciado por primera ocasión en Cancún en la conferencia mundial de la AOCS sobre procesamiento en el mes de noviembre del 2000. En este proceso, se utiliza un ácido orgánico como agente reactante que es el ácido cítrico al 3%.

Las ventajas

- No tiene etapa de neutralización
- No tiene etapa de lavado.
- Es amigable al ambiente
- Mejora la calidad.
- Reduce la inversión de capital.
- Recicla casi toda el agua del proceso.
- Cantidades mínimas de efluentes
- Mejora el rendimiento del aceite.
- Puede aplicarse aceites crudos y desgomados.

Desventajas:

- Se necesitan equipos de alta tecnología.

3.5.5 Refinación con silicato de sodio.⁽⁹⁾

Según los antecedentes revisados, el silicato de sodio líquido preparado en solución a diferentes grados baumé, es un agente capaz de neutralizar los ácidos grasos libres existentes en el aceite de soya, para poder comprender lo anterior, es necesario hacerse y responder las siguientes interrogantes ¿Qué son los silicatos de sodio líquidos? ¿Cómo se preparan?, ¿Cuál es su fórmula química?, ¿Cuáles son sus usos?

Para responder a las interrogantes anteriores se inicia diciendo, que los silicatos de sodio líquidos, se forman fundiendo arena (SiO_2) o cuarzo, con carbonato de sodio anhídrido a una temperatura de 1450°C , el vidrio formado se disuelve en disolvedores rotativos a la presión atmosférica, a medida que va saliendo del horno, después de haberse enfriado y triturado el vidrio. El producto líquido queda bastante turbio a causa de la suspensión fina de impurezas (arena sin fundir y producto de reacción), pero son eliminados fácilmente por filtración.

Los silicatos de sodio por ser solubles en agua se les conocen como vidrios solubles, los cuales forman soluciones viscosas estables.

Químicamente los silicatos de sodio líquido alcalinos, son soluciones coloidales que su gravedad específica es expresada en grados baumé, sus principales componentes son el óxido de sodio (Na_2O) y óxido de silicio (SiO_2), este último por la presencia del átomo de silicio que tiene la capacidad de formar redes

gigantescas es el que le confieren a los silicatos la propiedad aglutinante característica.

La relación entre los dos componentes principales de los silicatos de sodio (el óxido de sodio y el óxido de silicio) se le denomina razón molar o de peso; y la fórmula general puede escribirse de la siguiente forma:

$N\text{SiO}_2/M_2\text{O}$ en donde N es la relación molar y M es el metal (Na).

Parámetros a medir en los silicatos de sodio líquidos.⁽¹⁵⁾

1. Gravedad específica medida en el aerómetro en grados Baumé ($^{\circ}\text{Be}$),

El aerómetro, consta de una ampolla prolongada y graduada en unidades de peso específico expresada en escala Baumé. El instrumento flota verticalmente con un peso en el extremo inferior, la profundidad hasta la cual se sumerge se lee en la escala.

2. El total de sólidos.⁽¹⁵⁾

Esto se calcula por medio de la siguiente fórmula:

$$\% \text{Total de sólidos} = \% \text{Na}_2\text{O} + \% \text{SiO}_2$$

3. La relación de peso.⁽¹⁵⁾

Para encontrar este valor se emplea la siguiente fórmula:

$$\text{Razón de peso} = \% \text{SiO}_2 / \% \text{Na}_2\text{O}$$

Los principales usos atribuidos a los silicatos de sodio líquidos son:

Detergentes, bases para jabones, purificación de aguas y adhesivos.

La universidad de Texas A & M, juntamente con la colaboración del doctor Ernesto Hernández ⁽¹⁰⁾ y ⁽¹¹⁾ avanzó en un nueva aplicación de los silicatos de sodio en los procesos de refinación de aceites vegetales, llevando a cabo un ensayo a nivel de laboratorio en el cual experimentó con tres excesos de solución de silicato de sodio (0.20, 0.5 y 2 %), los cuales fueron agregados al aceite de soya; el jabón formado se separó del aceite neutro por filtración obteniéndose en dicho ensayo buenos resultados en la disminución de la acidez.

Mas tarde una de las compañías de fabricantes de silicato de sodio en Estados Unidos llama Oxichem en colaboración con el señor Ernesto Hernández plantean el comportamiento de los silicatos de sodio con los ácidos grasos libres del aceite de soya por medio de la siguiente reacción de neutralización.⁽¹⁵⁾



Ventajas del método de refinación con silicato de sodio.⁽¹⁰⁾

- No necesita centrifugadoras para el proceso.
- Se forma un jabón precipitable fácilmente filtrable o eliminado por decantación.
- Se aprovecha la propiedad aglutinante de los silicatos.
- No genera agua de lavados.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLÓGICO

4.0 DISEÑO METODOLÓGICO.

4.1 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA.

- Se visitaron bibliotecas de las siguientes instituciones: Universidad de El Salvador (Biblioteca Central, Facultad de Química y Farmacia, Ingeniería y Agronomía) y Universidad José Simeón Cañas.
- Asistencia a seminarios relacionados al tema.
- Revistas científicas.
- Mini biblioteca personal del Gerente de Producción de la Industria Aceitera Summa Industrial S.A de C.V.
- Internet. (Ver sitio Web en bibliografía).
- Recopilación de información de congresos realizados acerca del tema a nivel internacional.

4.2 INVESTIGACIÓN DE CAMPO.

4.2.1 Tipo de Estudio.

El trabajo de investigación se clasifica como experimental prospectivo, porque la demostración de los objetivos se llevó a cabo mediante experimentos en los

cuales se midieron variables como: Color, jabón, acidez, fosfátidos y pérdida por la, refinación. Utilizando el método de neutralizar en estudio.

4.2.2 Obtención de la muestra.

Las muestras del aceite de soya crudo desgomado se recolectaron, de un tanque de acero inoxidable con capacidad de 600 toneladas métricas que contiene en su interior una bomba homogenizadora del aceite por medio de movimientos recícos. El tanque se encuentra localizado en el área de almacenamiento de materias primas en la Industria Aceitera Summa. Se tomaron dos muestras, cada una en un periodo de quince días, teniendo la precaución que en el momento de extraer las dos muestras del tanque de almacenamiento, este se encontrara completamente lleno del aceite a muestrear.

Cada muestra se depositó en dos recipientes de plástico, con capacidad de seis libras. Cuidando que los recipientes quedaran completamente llenos para evitar la oxidación del aceite. Luego se almacenaron en condiciones adecuadas de temperatura (refrigeración).

De cada muestra, se tomaron 12 sub-muestras analíticas (12 tratamientos), fraccionadas en igual unidad de masa (500 gramos, esta se eligió por los antecedentes de ensayos realizados en Summa Industrial).

4.3 DISEÑO ESTADÍSTICO.

Para el cumplimiento de los objetivos se empleo el diseño completamente al azar en arreglo factorial 3 X 4, con dos repeticiones.

Justificación del diseño:

- ✓ Las condiciones ambientales, (del laboratorio de Summa) fueron homogéneas para ambas muestras.
- ✓ El aceite de soya crudo desgomado tiene la misma procedencia.
- ✓ Las condiciones de almacenamiento del aceite de soya crudo desgomado en cuanto a temperatura, iluminación son las mismas (en el laboratorio de la industria).
- ✓ La cristalería utilizada, son del mismo material, tamaño, mismo proveedor.
- ✓ Un exceso fijo de 0.20% (se eligió este porcentaje, tomando en cuenta el antecedente del doctor Ernesto Hernández⁹⁾ y los resultados satisfactorios de un ensayo previo realizado por mi persona ver tabla N° 8).

Por lo tanto lo que se hizo variar en cada experimento (12 tratamientos con dos repeticiones), fueron los siguientes factores:

- 1) El porcentaje en que se uso el ácido fosfórico concentrado. (Porcentajes de pre-tratamiento de 0.03%, 0.04%, y 0.05% se eligieron estos porcentajes tomando como criterio el antecedente de Summa Industrial).

2) Las soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé. (preparadas a 10° Be, 18° Be, 26° Be, 30° Be).

Los factores que se estudiaron se denotan con la siguiente nomenclatura:

CUADRO 1. DESCRIPCIÓN DE LOS PORCENTAJES DE ÁCIDO FOSFÓRICO CONCENTRADO.

FACTOR	%	DESCRIPCIÓN
ÁCIDO FOSFÓRICO CONCENTRADO AL 85% (A)	a ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado.
	a ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado.
	a ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado.

CUADRO 2. DESCRIPCIÓN DE LAS SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO A DIFERENTES GRADOS BAUMÉ.

FACTOR	GRADO BAUMÉ	DESCRIPCIÓN
SILICATO DE SODIO LÍQUIDO (S)	s ₁	Solución de silicato de sodio a 10° Be.
	s ₂	Solución de silicato de sodio a 18° Be.
	s ₃	Solución de silicato de sodio a 26° Be.
	s ₄	Solución de silicato de sodio a 30° Be.

Los dos factores mencionados anteriormente fueron aplicados a la unidad experimental (beaker de 600 ml + aceite de soya crudo desgomado).

CUADRO N° 3. LA COMBINACIÓN DE LOS NIVELES DE LOS FACTORES A Y S.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 10° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 18° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 26° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 30° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 10° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 18° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 26° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 30° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 10° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 18° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 26° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de ácido fosfórico concentrado para la disminución de los fosfátidos + solución de silicato de sodio a 30° Be para la neutralización de los ácidos grasos libres.

Distribución de tratamientos.

Para el orden de los tratamientos que se siguió en la parte experimental para este trabajo de investigación se hicieron fichas numéricas y se evaluaron al azar y el orden de trabajo en el laboratorio a seguir quedo distribuido de la siguiente manera.

Muestra 1

a ₂ S ₂	a ₁ S ₄	a ₃ S ₂	a ₂ S ₁	a ₁ S ₁	a ₁ S ₃	a ₃ S ₁	a ₂ S ₃	a ₁ S ₂	a ₃ S ₃	a ₂ S ₄	a ₃ S ₄	RP ₁
-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-----------------

Muestra 2

a ₃ S ₁	a ₁ S ₂	a ₁ S ₄	a ₂ S ₃	a ₃ S ₄	a ₂ S ₄	a ₁ S ₁	a ₃ S ₂	a ₂ S ₁	a ₁ S ₃	a ₃ S ₃	a ₂ S ₂	RP ₂
-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-------------------------------	-----------------

Especificación:

- La unidad experimental a la cual se han aplicado cada uno de los factores (A y S) está constituido de un beaker de 600ml + aceite de soya crudo desgomado.
- RP₁= Repetición 1 (muestra 1).
- RP₂ = Repetición 2 (muestra 2).
- Cada repetición se realizó en un periodo de 15 días llevándose un total de un mes para realizar los 12 tratamientos con dos repeticiones.

El modelo estadístico a usar es de tipo lineal y los factores a separar se detallan en la siguiente fórmula:

$$\hat{Y}_{ijk} = M + T_i + B_j + (\tau B)_{ij} + \varepsilon_{ij}$$

Este modelo es aditivo, lo cual nos indica que cada una de las diferentes fuentes involucradas (A) y (S) actúa independientemente.

CUADRO N° 4. MATRIZ DE DATOS DEL DISEÑO COMPLETAMENTE AL AZAR CON ARREGLO FACTORIAL 3 X 4.

TRATAMIENTOS	REPETICIÓN		TOTAL DE TRATAMIENTOS (Y_i)
	I	II	
$T_1 = a_1s_1$	$Y_{1.1}$	$Y_{1.2}$	Y_1
$T_2 = a_1s_2$	$Y_{2.1}$	$Y_{2.2}$	Y_2
$T_3 = a_1s_3$	$Y_{3.1}$	$Y_{3.2}$	Y_3
$T_4 = a_1s_4$	$Y_{4.1}$	$Y_{4.2}$	Y_4
$T_5 = a_2s_1$	$Y_{5.1}$	$Y_{5.2}$	Y_5
$T_6 = a_2s_2$	$Y_{6.1}$	$Y_{6.2}$	Y_6
$T_7 = a_2s_3$	$Y_{7.1}$	$Y_{7.2}$	Y_7
$T_8 = a_2s_4$	$Y_{8.1}$	$Y_{8.2}$	Y_8
$T_9 = a_3s_1$	$Y_{9.1}$	$Y_{9.2}$	Y_9
$T_{10} = a_3s_2$	$Y_{10.1}$	$Y_{10.2}$	Y_{10}
$T_{11} = a_3s_3$	$Y_{11.1}$	$Y_{12.2}$	Y_{11}
$T_{12} = a_3s_4$	$Y_{12.1}$	$Y_{12.2}$	Y_{12}
Total de Repeticiones $Y_{.j}$	$Y_{.1}$	$Y_{.2}$	$Y_{..}$

Donde:

Y_{ij} = Cualquier observación

Y_i = Total de tratamiento

$Y_{.j}$ = Total de repeticiones

$Y_{...}$ = Gran Total

CUADRO Nº 5. TABLA DE ANVA PARA UN DISEÑO COMPLETAMENTE AL AZAR EN UN ARREGLO FACTORIAL 3 X 4 Y SUS FUENTES DE VARIACIÓN.

FUENTES DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADO	CUADRADO MEDIO	F. CALCULADA
Tratamientos	ab-1	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b Y_{ij}^2 \cdot /n-FC$	S.C Trat/ab - 1	S.C Trat/CME
Factor (A)	a-1	$\sum_{i=1}^a Y_{i..}^2 /bn-FC$	S.C A/a - 1	S.C A/CME
Factor (S)	b-1	$\sum_{j=1}^b Y_{.j}^2 /an-FC$	S.C B/b - 1	S.C B/CME
Interacción (AxS)	(a-1)(b-1)	S.C.subtotal - (S.C.A + S.C.B) + S.C.rep	S.C A y B/(a-1)(b-1)	S.C AxB/CME
Error experimental	(ab-1)(n-1)	Diferencia	S.C Error/(aB-1)(n-1)	
Total	abn-1	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^b \sum_{k=1}^n Y_{ijk}^2 -FC$		

NOTA: Para expresar los resultados en término de probabilidades se trabajó con una precisión del 1%.

HIPÓTESIS A DEMOSTRAR CON LA TABLA DE ANVA.

Las hipótesis nulas (Ho) a demostrar con la tabla de ANVA con relación al efecto producido en el aceite al usar ácido fosfórico concentrado a diferentes porcentajes son:

- $H_0 = a_1 = a_2 = a_3 = 0$; los diferentes porcentajes de ácido fosfórico concentrado utilizados para la neutralización de los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya crudo desgomado producen efectos iguales en la disminución de los fosfátidos, acidez, jabón, color y pérdida por la refinación.
- $H_1 = a_1 = a_2 = a_3 \neq 0$, los diferentes porcentajes de ácido fosfórico concentrado utilizado para la neutralización de los ácidos grasos libres, producen diferentes efectos en la disminución de los fosfátidos, acidez, jabón, color y pérdida por la refinación.

Las hipótesis nulas a demostrar con la tabla ANVA con relación al efecto producido en el aceite de soya crudo desgomado al agregarle soluciones de silicato de sodio a los grados 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be.

- $H_0 = s_1 = s_2 = s_3 = s_4 = 0$, Esto nos indica que cuando el aceite de soya crudo desgomado es tratado con diferentes soluciones de silicato de

sodio preparadas a diferentes grados baumé no producen diferencias en la disminución de los fosfátidos, de la acidez, jabón, color y pérdida por refinación.

- $H_1 = s_1 = s_2 = s_3 = s_4 \neq 0$, si existe diferencias significativas en el aceite tratado con diferentes soluciones de silicato de sodio que se traduce en la disminución de los fosfátidos, la acidez, jabón, color y la pérdida por refinación.

Las hipótesis nulas a demostrar en la tabla de ANVA con relación al efecto que causa la interacción del factor soluciones de silicato de sodio a los grados de 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be y los diferentes tratamientos de ácido fosfórico concentrado:

- H_0 = No existe ninguna interacción entre el % de ácido fosfórico y las diferentes soluciones de silicato de sodio en la neutralización del aceite de soya crudo desgomado, es decir que actúan de forma independiente.
- H_1 = Si existe interacción entre el % de ácido fosfórico y la solución de silicato de sodio en la neutralización del aceite de soya crudo desgomado, es decir actúa de forma dependiente.

4.4 PARTE EXPERIMENTAL.

4.4.1 REACTIVOS (VER ANEXO Nº 1).

4.4.2 MATERIALES Y EQUIPOS (VER ANEXO Nº 2).

4.4.3. ADAPTACIÓN DE LA FÓRMULA CONOCIDA COMO PORCENTAJE DE TRATAMIENTO UTILIZADA EN EL REFINAMIENTO TRADICIONAL, PARA SER EMPLEADA CON SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO.

Para neutralizar los ácidos grasos libres presentes en el aceite de soya crudo desgomado, se realizó la adaptación práctica de la fórmula conocida como porcentaje de tratamiento, que es empleada en la actualidad para neutralizar los ácidos grasos libres en los aceites vegetales. (Ver numeral 3.3.1.1 del marco teórico); dicha fórmula, utiliza soluciones de soda cáustica como sustancia neutralizante; pero en este trabajo, se hizo necesario adaptarla con el propósito de ser utilizada empleando diferentes soluciones de silicato de sodio. Para lograr este objetivo, se necesitó encontrar cada uno de los elementos que forman parte de la fórmula porcentaje de tratamiento.

La expresión matemática de la fórmula porcentaje de tratamiento (%Tx) se expresa así:

$$\% \text{Tratamiento}^{(1)} (\text{Tx}) = (\text{FFA} \times \text{FAC}) + \% \text{ exceso} / \% \text{ NaOH} / 100$$

Sustituyendo la fórmula anterior para utilizar una solución neutralizadora de silicato de sodio, esta queda expresada de la siguiente manera:

$$\%Tx^{(1)} = (FFA \times FAC \text{ NaO:SiO}_2) + \% \text{ exceso NaO:SiO}_2 / \% \text{NaO:SiO}_2 / 100$$

Donde:

%Tx = Porcentaje de solución de silicato de sodio preparada a diferentes grados baumé necesaria para neutralizar 100 gramos del aceite de soya crudo desgomado.

FFA = Acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado que se determina por medio del método oficial de la A.O.C.S.⁽¹⁹⁾ (ver anexo № 11)

Exceso: Cantidad en exceso de solución de silicato de sodio preparada a diferentes grados baumé (se considerada una constante mas adelante se explica).

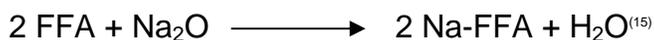
%SiO₂:Na₂O = Porcentaje de silicato de sodio puro presente en las soluciones preparadas a diferentes grados baumé.

Una vez descrito los elementos de la fórmula adaptada para silicato de sodio parte del trabajo consistió en encontrar cada uno de los elementos de esta fórmula, para realizar dicha tarea se realizó lo siguiente:

4.4.3.1 Determinación del factor del silicato de sodio (FAC) este se considero una vez encontrado, como una constante.

Para encontrar el factor del silicato de sodio (FAC), que se sustituyó en la fórmula adaptada se tomó como base la reacción estequiométrica que ocurre entre los ácidos grasos libres del aceite de soya crudo desgomado y el silicato de sodio, que actúa como sustancia neutralizante:

Reacción de neutralización:



Como se sabe, el silicato de sodio presenta la siguiente fórmula química $\text{Si}_2\text{O}:\text{Na}_2\text{O}$; pero si observamos en la reacción de neutralización sólo interviene la parte básica de la molécula (óxido de sodio) del silicato de sodio. Y por estequiometría se tiene, que dos moles de ácido graso libre (ácido oleico) es neutralizado por un mol gramo de óxido de sodio (Na_2O), por lo tanto 62g / mol (peso molecular de óxido de sodio), neutralizará, 2 (282 g / mol (peso molecular del ácido oleico)). Por lo tanto para encontrar el factor se plantea la siguiente relación⁽²²⁾

$$\text{Factor (FAC)} = 62\text{g/mol} / 2(282\text{g/mol}) = 0.1099$$

4.4.3.2 Determinación del exceso de la solución de silicato de sodio.

Para definir el exceso se tomó como base dos parámetros importantes:

1) El antecedente del ensayo realizado por el doctor Ernesto Hernández, el cual experimentó a nivel de planta piloto con varios excesos de solución de silicato de sodio (0.20% 0.5% y 1.5%) en el cual se obtuvieron muy buenos resultados en el proceso de refinación del aceite de soya crudo.⁽⁹⁾

2) Un ensayo previo realizado por mi persona en el laboratorio de la empresa Summa industrial en el cual, se experimentaron con dos excesos (0.18% y 0.20%) de una solución de silicato de sodio preparada a 22° Be (en base a antecedentes experimentados por técnicos de Summa) los cuales fueron agregados al aceite de soya crudo desgomado.

Inicialmente este aceite presentaba una acidez de 0.457% el cual al ser sometido al proceso de refinación con solución de silicato de sodio con el exceso de 0.20% este presentó mejores resultados en la disminución de la acidez, esto se reflejan en el Tabla N° 8.

TABLA N° 8. VALORES EXPERIMENTALES DE ACIDEZ DEL ACEITE DE SOYA NEUTRALIZADO CON SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO A 22° Be.

EXCESO DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO EN PORCENTAJE	ACIDEZ DEL ACEITE REFINADO (PORCENTAJE DE ÁCIDO OLEICO)
0.18	0.085
0.20	0.040

Tomando en consideración los dos ensayos anteriores se eligió el exceso de 0.20% para el presente trabajo de investigación.

4.4.3.3. Determinación del porcentaje de silicato de sodio puro que se encuentra presente en las soluciones de silicato de sodio a los grados baumé 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24, 26, 28 y 30.

Para encontrar el porcentaje de silicato de sodio presente en cada una de las soluciones preparadas de silicato de sodio a los diferentes grados baumé se realizó lo siguiente:

1. Calibración del densímetro

Para la calibración del densímetro (instrumento que se utilizó para medir los grados baumé de las soluciones preparadas de silicato de sodio) se empleó como referencia una solución certificada de silicato de sodio a 50° Be, (ver anexo N° 3).

Procedimiento:

- Lavar el densímetro con abundante agua destilada y secar con papel toalla

- Medir 250.0 mL de la solución certificada de silicato de sodio (gravedad específica de 50°Be), enfriar a 20°C
- Introducir el densímetro en forma vertical, sumergir completamente en dicha solución. Luego dejar flotar libremente. Evitar el error de paralaje a la hora de leer la escala.

2. Preparación de las soluciones de silicato de sodio.

En este paso se prepararon las soluciones de silicato de sodio a los grados de 10° Be, 12° Be, 14° Be, 16° Be, 18° Be, 20° Be, 22° Be, 24° Be, 26° Be, 28° Be y 30° Be; con el único objetivo de elaborar una tabla de aplicación práctica similar a la existente para hidróxido de sodio (ver tabla № 5).

Sin embargo las soluciones que se utilizaron para la neutralización de los ácidos grasos libres en este trabajo de investigación sólo fueron las 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be debido a las limitantes económicas y de tiempo, además que los resultados obtenidos en las soluciones de silicato de sodio con que se experimentó permiten un amplio margen de aplicación que cubre el rango de valores teóricos dados por la tabla para hidróxido de sodio (ver tabla № 5).

La preparación de las soluciones se realizó en las siguientes etapas:

2.1 Preparación de una solución de silicato de sodio a 10° Be utilizando la fórmula $C_1V_1 = C_2V_2$. Ver cálculo en la página 85.

Procedimiento

- Medir con una bureta 50.0 mL (ver cálculos en Pág. 89) de la solución madre de silicato de sodio directamente a una copa graduada plástica de 250.0 mL
- Agregar 100 mL de agua destilada y homogenizar con un agitador de vidrio, lavar el agitador para evitar pérdida de muestra.
- Llevar a volumen con agua destilada.

2.2 Determinación práctica del grado Baumé de la solución de silicato de sodio a 10° Be preparada utilizando la fórmula $C_1V_1 = C_2V_2$.

Procedimiento

- Enfríar en un baño de hielo (utilizando una probeta graduada) la solución preparada en el numeral 2.1 hasta una temperatura de 20°C
- Medir el grado Baumé de la solución, utilizando para tal fin, un densímetro previamente calibrado.

2.3 Aplicación de una regla de tres inversas para preparar las soluciones de silicato de sodio a los grados Baumé de interés.

Se plantea una regla de tres inversa para encontrar por medio de ella, el volumen de solución madre necesario para preparar las soluciones de silicato de sodio a los grados Baumé de interés; la cual se expresa de la siguiente forma:

50.0 mL de solución de Si.So → se lleva a → grado °Be
 a 50° Be un volumen práctico (17)
 250.0 mL

Y → para preparar 250.0 mL → Z° Be
 de una solución

Donde:

Y = Volumen de solución madre necesario, para preparar las diluciones de silicato de sodio a 10° Be, 12° Be, 14° Be, 16° Be, 18° Be, 20° Be, 22° Be, 24° Be, 26° Be, 28° Be y 30° Be.

Z = Corresponde al grado baumé de la solución que se desea preparar

17° Be = Baumé real (este valor se explica en el numeral 2.2).

Los resultados obtenidos al aplicar la regla de tres se resumen en la siguiente tabla:

TABLA Nº 9. VOLUMEN DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO A 50° Be.
NECESARIOS PARA PREPARAR LAS SOLUCIONES DE SILICATO DE
INTERÉS.

°Be MEDIDO a 20°C	VOLUMEN (ML) DE Sln. DE SILICATO A 50° Be
10	29.40
12	35.30
14	41.20
16	47.10
18	52.90
20	58.82
22	64.71
24	70.59
26	76.47
28	82.30
30	88.23

2.4 Procedimiento para la preparación de las soluciones de silicato de sodio a 10° Be, 12° Be, 14° Be, 16° Be, 18° Be, 20° Be, 22° Be, 24° Be, 26° Be, 28° Be y 30° Be.

- Pesar una alícuota de 5.0 mL.
- Medir en una bureta el volumen de solución madre necesario para preparar las soluciones a los grados baumé de interés (utilizando la información de la Tabla Nº 9).
- Agregar dicho volumen a una copa volumétrica de 250.0 mL adicionar 100.0 mL de agua destilada libre de CO₂ y agitar (lavar el agitador para evitar pérdida de muestra).

- Llevar a volumen con agua destilada. Pesar la solución resultante y anotar dicho peso.
- Corroborar en forma práctica el grado baumé de la solución resultante.

2.5 Determinación del porcentaje del óxido de sodio presente en las soluciones de silicato de sodio a 10° Be, 12° Be, 14° Be, 16° Be, 18° Be, 20° Be, 22° Be, 24° Be, 26° Be, 28° Be y 30° Be.

El porcentaje de óxido de sodio (Na_2O) se encontró a partir de la metodología de la norma ASTM para silicato de sodio ver anexo N° 8 y en la Pág. 92 se plantean los cálculos. Los resultados se resumen en la siguiente tabla.

TABLA N° 10. PORCENTAJE DE ÓXIDO DE SODIO PRESENTE EN LAS SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO A LOS GRADOS BAUMÉ EN ESTUDIO.

°Be T°=20°C	ÓXIDO DE SODIO (Na_2O)
10	2.5677
12	3.0735
14	3.4236
16	3.8516
18	4.0800
20	4.6981
22	4.8122
24	5.2495
26	5.7550
28	5.9465
30	6.3804

2.6 Determinación del porcentaje del óxido de silicio.

Para encontrar el porcentaje de óxido de silicio se empleo la siguiente fórmula:

Razón de peso = $\text{SiO}_2/\text{Na}_2\text{O}$. Ver cálculos en la Pág. 93. Los resultados se encuentran en la siguiente tabla.

TABLA N° 11. PORCENTAJE DE ÓXIDO DE SILICIO PRESENTE EN LAS SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO EN ESTUDIO.

°Be T°=20°C	ÓXIDO DE SILICIO (SiO ₂)
10	5.2124
12	6.2392
14	6.9554
16	7.8187
18	8.2824
20	9.5371
22	9.7687
24	10.6565
26	11.6828
28	12.0714
30	12.9522

2.7 Determinación del porcentaje de silicato de sodio presente en las soluciones preparadas a los grados baumé en estudio.

Se utilizó la fórmula $\% \text{SiNa} = \% \text{óxido de sodio} + \% \text{óxido de silicio}$ y su aplicación se explica en la parte de cálculos, y los resultados en la siguiente tabla.

TABLA N° 12. PORCENTAJE DE SILICATO DE SODIO PRESENTE EN LAS SOLUCIONES PREPARADAS A LOS GRADOS BAUMÉ DE INTERÉS.

°Be T°=20°C	% SiO ₂ .Na ₂ O (SILICATO DE SODIO)
10	7.7801
12	9.3127
14	10.3790
16	11.6703
18	12.3624
20	14.2352
22	14.5809
24	15.9060
26	17.4378
28	18.0179
30	19.3326

4.4.3.4 Determinación de la acidez inicial (FFA) del aceite de soya crudo desgomado.

La acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado se calculó aplicando el método oficial de la OACS Ca 5 – 40⁽¹⁹⁾ (Ver anexo 11), este valor una vez encontrado será considerado una constante para este trabajo ya que depende del aceite que en ese momento se quiere neutralizar.

Todos los elementos de la fórmula porcentaje de tratamiento (Tx) que se encontraron para adaptar dicha fórmula se resumen en la tabla siguiente.

TABLA N° 13. DESCRIPCIÓN DE LOS ELEMENTOS DE LA FÓRMULA PORCENTAJE DE TRATAMIENTO ADAPTADA PARA SILICATO DE SODIO.

ACIDEZ INICIAL A.S.C.D. (%)	FACTOR DEL SINA (FAC)	EXCESO DE LA SOLUCIÓN DE SINA (%)	PORCENTAJE DE LA SOLUCIÓN DE Si.So A LOS GRADOS BAUMÉ EN ESTUDIO
0.45	0.1099	0.20	Ver tabla N° 12

4.4.4. APLICACIÓN PRACTICA DE LA FÓRMULA PORCENTAJE DE TRATAMIENTO ADAPTADA PARA SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO A LOS GRADOS BAUME 10, 18, 26 Y 30 PARA LLEVAR A CABO LA NEUTRALIZACION DE LOS ACIDOS GRASOS LIBRES DEL ACEITE DE SOYA CRUDO DESGOMADO.

Una vez encontrados todos los elementos de la fórmula porcentaje de tratamiento adaptada para ser utilizada con soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé quedo expresada de la siguiente forma:

$$\%Tx = (0.99 \times 0.45) + 0.20\% / \%NaO:SiO_2 / 100.$$

Se sustituyeron los datos de la tabla N° 13 en la fórmula adaptada para conocer cuanto de solución de silicato de sodio a 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be fue

necesario agregarle al aceite de soya para su neutralización estos valores se resumen en la siguiente tabla N° 14.

TABLA N° 14. CANTIDADES EN GRAMOS DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO; NECESARIOS PARA NEUTRALIZAR 100 GRAMOS DE ACEITE DE SOYA.

BAUMÉ T° 20°C	SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (GRAMOS)
10	3.2007g
18	2.0100g
26	1.4280g
30	1.2880g

4.4.5 DETERMINACIÓN DEL PORCENTAJE DE PRE-TRATAMIENTO CON ÁCIDO FOSFÓRICO CONCENTRADO.

Los aceites de soya necesitan antes de la neutralización un pretratamiento con ácido, generalmente ácido fosfórico concentrado en un porcentaje de dosificación óptimo que garantice la disminución de los fosfátidos presentes en los aceites. En este trabajo se emplearon los porcentajes de 0.03%, 0.04% y 0.05% estos fueron seleccionados tomando en cuenta las experiencias de los ensayos experimentales realizados por técnicos de la empresa Summa Industrial. Los resultados se resumen en la tabla siguiente:

TABLA N° 15. PORCENTAJES DE PRETRATAMIENTO CON ÁCIDO AGREGADOS AL ACEITE DE SOYA.

% DE AC. FOSFÓRICO CONCENTRADO Para 100g de Aceite	VOLUMEN DE AC. FOSFÓRICO CONCENTRADO para 100g de Aceite	VOLUMEN DE AC. FOSFÓRICO CONCENTRADO PARA 500 g
0.03	0.0171	0.0855
0.04	0.0228	0.114
0.05	0.0286	0.143

4.4.6 PROCESO EXPERIMENTAL PARA NEUTRALIZAR AL ACEITE DE SOYA CRUDO DESGOMADO.

- Pesar 500 gramos del aceite de soya crudo desgomado, al cual previamente se le ha determinado la acidez inicial (Ver anexo N° 11)
- Calentar la muestra moderadamente en un Hot Plate y homogenizar utilizando un agitador magnético a una temperatura inferior a 60° C.
- Seguir agitando por un lapso de 15 minutos para garantizar que la reacción sea completa.
- Agregar el volumen de ácido fosfórico concentrado utilizando el pretratamiento experimentado. (Utilizar la tabla N° 15).
- Dejar reaccionar por una hora.
- Llevar la temperatura a 60° C y agregar la cantidad de solución de silicato de sodio al grado baumé que se esta experimentando (10°

Be, ^{18}O Be, ^{26}O Be y ^{30}O Be. Utilizar para ello la tabla № 14). Dejar reaccionar por 15 minutos.

- Separar del aceite obtenido (neutro) el jabón (oleato de sodio) formado como producto de la reacción de neutralización, por medio de filtración por gravedad.
- Determinar al aceite obtenido por medio de análisis químicos el contenido de fosfátidos, acidez, color, jabón y pérdida por refinación.

4.4.7 METODOLOGÍA DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR FOSFÁTIDOS, ACIDEZ, JABÓN, COLOR Y PÉRDIDA POR REFINACIÓN EN EL ACEITE DE SOYA NEUTRO.

4.4.7.1 Determinación del porcentaje de fosfátidos.

Principio: El contenido de fósforo y a la vez el equivalente del contenido de fosfátidos se determinan de las cenizas de la muestra en presencia de óxido de zinc, midiendo espectrofotométricamente el contenido de fósforo por la formación de un complejo fosfomolibdato que se evidencia de color azul.

Resultado: Porcentaje de fósforo y su equivalente en porcentaje de fosfátidos.

Referencia: Método oficial de la AOCS Ca 12- 55.

Procedimiento: Ver anexo № 10

4.4.7.2 Determinación de ácidos grasos libres (Acidez).

Principio: Este método determina ácidos grasos libres existentes

En las muestras.

Resultado: Porcentaje de ácido oleico.

Referencia: Método oficial de la AOCS Ca 5a-40.

Procedimiento: Ver anexo № 11

Determinación de color en la escala del rojo, amarillo y azul.

Principio: Este método determina el color igualando el color de la luz transmitida a través de una profundidad específica de aceite o grasa líquida con el color de la luz que se origina de la misma fuente, transmitida a través de vidrios estándares de color.

Resultados: El resultado se expresa en el número de lecturas de rojo, amarillo, azul, necesarias para obtener la igualación del color.

Referencia: Método oficial de la A.O.C.S Cc 13e – 92.

Procedimiento: Ver anexo № 9.

4.4.7.4 Determinación de jabón.

Principio: Este método determina la alcalinidad de la muestra como oleato de sodio.

Resultado: Partes por millón (ppm) de oleato de sodio.

Referencia: Método oficial de la AOCS Cc 17 – 79.

Procedimiento: Ver anexo № 12.

4.4.7.5 Pérdida del aceite neutralizado (pérdida por refinación).

Principio: Determinar la pérdida del aceite después del proceso de neutralización.

Resultado: Porcentaje de pérdida.

Referencia: Manual de fármacoquímica.

Procedimiento: Ver anexo № 13.

4.4.8 CALCULOS EFECTUADOS PARA LA PROPUESTA DE UN METODO PARA LA NEUTRALIZACION QUIMICA DEL ACEITE DE SOYA CRUDO DESGOMADO UTILIZANDO SOLUCION DE SILICATO DE SODIO.

4.4.8.1 Cálculo para determinar el porcentaje de pre-tratamiento de ácido fosfórico al 85% que se le agregó al aceite de soya crudo desgomado para disminuir el porcentaje de fosfátidos

Para conocer cada uno de los pre-tratamiento de ácido fosfórico concentrado (0.03%, 0.04% y 0.05%) que fueron experimentados en este trabajo de investigación se utilizó la siguiente fórmula:

$$d = m / v \quad (1)$$

Donde:

d = densidad del ácido fosfórico concentrado (1.75 g /ml)

m = gramos del ácido fosfórico concentrado.

Para encontrar ¿Qué volumen de ácido fosfórico concentrado se necesitó agregar, a 100 gramos del aceite de soya crudo desgomado si se quiere tener un pretratamiento de 0.03% de ácido fosfórico al 85%?

Para resolver lo anterior, se cuenta con la siguiente información experimental encontrada en este trabajo de investigación:

El pre-tratamiento de 0.03% de ácido fosfórico concentrado significa que por cada 100 gramos de aceite de soya crudo, se necesito 0.03 gramos de ácido fosfórico; esta aseveración lleva a plantear lo siguiente:

$$m = 0.03 \text{ gramos}$$

$$d = 1.75 \text{ g/ ml}$$

$$v = ?$$

Despejando de la fórmula (1) el volumen se tiene:

$$v = m / d$$

sustituyendo los datos:

$$v = 0.03 \text{ gr.} / 1.75 \text{ gr.} / \text{mL}$$

$v = 0.02 \text{ mL}$ (esto valor indica que se necesita un volumen de 0.02 mL de ácido fosfórico al 85 por ciento para tener un porcentaje de pre-tratamiento de 0.03% para cada 100 gramos de aceite)

Para nuestro trabajo de investigación, los doce tratamientos de aceite de soya crudo desgomado que se experimentaron, contenían una masa de 500 gramos, es por esto, que se calculó el volumen de ácido fosfórico para esa cantidad de aceite para ello se planteo una regla de tres de la siguiente forma:

$$\begin{array}{l} 0.02\text{mL de ácido fosfórico al 85\%} \longrightarrow 100 \text{ gramos de aceite} \\ X \longrightarrow 500 \text{ gramos de aceite} \end{array}$$

$$X = (0.02 \text{ mL})(500 \text{ gramos}) / 100 \text{ gramos}$$

$$X = 0.1 \text{ mL}$$

Nota: Lo mismo se realizó para calcular los pre-tratamiento de ácido fosfórico al 0.04% y 0.05%. Los resultados se resumen en la tabla N° 15

4.4.8.2 Cálculos para la preparación de la solución de silicato de sodio a

10° Be utilizando la fórmula matemática $C_1V_1 = V_2C_2$.

Se parte de una solución de silicato de sodio a 50 grados baumé para preparar, inicialmente una solución de silicato de sodio a un grado baumé teórico. (10° Be, en este caso se tomó como base la de menor concentración de la tabla Nº 5), a la que seguidamente se le determinó el grado baumé experimental (usando el densímetro) con el objetivo de partir, de ese valor práctico y poder plantear seguidamente una regla de tres inversa que permitió preparar las soluciones de silicato de sodio que se utilizaron para este trabajo de investigación:

$$C_1V_1 = C_2V_2 \quad (2)$$

Donde:

C_1 = Concentración de silicato de sodio a 50° Be (44.44% de peso/peso ver anexo Nº 3)

V_1 = Volumen de solución madre (solución de silicato de sodio a 50° Be) necesario para preparar la solución a 10° Be

C_2 = Concentración de la solución de silicato de sodio a 10° Be

V_2 = Volumen final (250.0 mL volumen en el cual el densímetro flota libremente. se realizaron ensayos previos).

C_2 se calculó de la siguiente manera:

$$\begin{array}{lcl}
 44.44 \text{ g. de silicato de sodio/ } 100 \text{ gramos} & \longrightarrow & \text{solución a } 50^\circ \text{ Be} \\
 X & \longrightarrow & \text{en una solución a } 10^\circ \text{ Be} \\
 X = 8.888\% = C_2 & &
 \end{array}$$

Para encontrar el volumen de solución madre necesario para preparar la solución de silicato de sodio a 10° Be , se despeja de la fórmula (2) el V_1 .

y sustituyendo los datos se tiene lo siguiente:

$$V_1 = C_2 V_2 / C_1$$

$$V_1 = (8.888\%) (250.0\text{ml}) / 44.44\%$$

$$V_1 = 50.0 \text{ mL}$$

5.3 Volumen de solución madre y de agua expresados en kilogramos, que fueron necesarios para preparar las soluciones diluidas de silicato de sodio a los grados de 10° Be , 12° Be , 14° Be , 16° Be , 18° Be , 20° Be , 22° Be , 24° Be , 26° Be y 30° Be

Para encontrar el volumen de solución madre que se necesitó para la preparación de las soluciones de silicato de sodio a los grados baumé en estudio, se partió del dato (17° Be) que corresponde al grado baumé experimental de la solución de silicato de sodio preparada teóricamente a 10° Be (ver Pág 73), tomando esta información se planteó la siguiente regla de tres inversa:

$$Y = (50.0 \text{ ml}) (250.0 \text{ mL}) (12^\circ \text{ Be}) / (250.0 \text{ mL}) (50^\circ \text{ Be})$$

$$Y = 35.29 \text{ mL} = 35.30 \text{ mililitros.}$$

Se convierten los mL de la solución madre encontrados para la solución de silicato de sodio a 12° Be en unidades de kilogramos unidad que se maneja en las industrias aceiteras para refinar aceites.

$$5.0 \text{ mL de solución de Si.So a } 50^\circ \text{ Be} \longrightarrow 7.522\text{gr (ver pag 74)}$$

$$35.29\text{mL de la solución de Si.So a } 50^\circ \text{ Be} \longrightarrow X$$

$$X = 53.09\text{gramos} = 0.0531\text{Kg}$$

Para expresar los resultados por kilogramo de solución se plantea la siguiente regla de tres:

$$0.0531\text{Kg (solución madre)} \longrightarrow 0.2697\text{Kg (peso de la solución de silicato de sodio a } 12^\circ \text{ Be ver pag 75)}$$

$$X \longrightarrow 1\text{Kg de esta misma solución}$$

$X = 0.20\text{Kg}$ de silicato de sodio a 50° Be se necesitó para preparar 1 Kg. de una solución de silicato de sodio a 12° Be.

Para encontrar la cantidad de agua referida a 1Kg de solución se plantea lo siguiente:

$$\text{Kg de agua} = 1\text{Kg de solución} - \text{Kg de solución madre}$$

$$\text{Kg de agua} = 1\text{Kg} - 0.20\text{Kg}$$

$$\text{Kg de agua} = 0.80$$

5.4 Determinación del % de silicato de sodio presente en las soluciones preparadas de silicato de sodio a los grados de interés.

Para encontrar el porcentaje de silicato de sodio puro contenido en cada una de las soluciones preparadas de silicato de sodio a los grados baumé en estudio se necesitó conocer los dos elementos que forman parte de la molécula de los silicatos de sodio que son: El óxido de sodio (Na_2O) y el óxido de silicio (SiO_2). Para realizar lo anterior se realizó los siguientes pasos:

1. Encontrar el porcentaje de óxido de sodio.

Para encontrar el porcentaje de óxido de sodio se utilizó la norma ASTM ⁽¹⁶⁾ (ver anexo Nº 8) y se empleó la siguiente fórmula ⁽²⁾

$$\% \text{Na}_2\text{O} = (\text{Vc}) \times (\text{Nt}) \times (3.1) / \text{peso muestra} \times \text{FD}$$

Donde:

Vc = Volumen corregido

Vc = Vg x 1.004 (ver anexo Nº 17)

Vg = Volumen gastado de ácido clorhídrico 0.5N

Nt = Normalidad teórica = 0.5N

3.1= Miliequivalentes del Na_2O en %

FD = Factor de dilución

FD = Volúmenes hechos / alícuotas tomadas.

Peso muestra = 20.00 gramos ± 0.01 gramo

2. Determinar cuanto de óxido de silicio estaba presente en las soluciones de silicato de sodio a los grados baumé en estudio.

Se auxilio de una fórmula conocida como razón de peso para silicatos de sodio la cual se expresa matemáticamente como sigue:

$$\text{Razón de peso} = \% \text{SiO}_2 / \% \text{Na}_2\text{O}^{(15)}$$

La aplicación de esta fórmula, fue posible por que se conocía el porcentaje de óxido de sodio de cada una de las soluciones preparadas de silicato de sodio a los grados baumé de interés y además la razón de peso del silicato de sodio a 50° Be (2.03 ver anexo № 3).

3. Determinación del porcentaje de silicato de sodio.

Una vez encontrado el porcentaje de óxido de sodio y óxido de silicio se utilizo la fórmula $\% \text{ silicato de sodio} = \% \text{Na}_2\text{O} + \% \text{SiO}_2^{(15)}$ para encontrar el porcentaje de silicato de sodio puro presente en cada una de las soluciones preparadas.

Todo lo expuesto anteriormente se explicara con un ejemplo para una mayor comprensión: ¿Qué porcentaje de silicato de sodio puro se encuentra en una solución preparada a 12° Be?

Primeramente se determina, cuanto de óxido de sodio hay presente en la solución de SiSo a 12° Be

Datos experimentales extraídos de este trabajo de investigación:

Volumen gastado (vg) = en la primera titulación 3.95 mL.

Volumen gastado (vg) = en la segunda titulación 3.95 mL

$V_c = V \text{ gastado} \times \text{factor de corrección}$

$$V_c = 3.95 \text{ mL} \times 1.004$$

$$V_c = 3.9658 \text{ mL}$$

Factor de dilución (FD) = volumen hechos / alícuotas tomadas

$$FD = 500.0 \text{ mL} / 50.0 \text{ mL}$$

$$FD = 10$$

Peso muestra = 20.00 gramos

Utilizando la fórmula tomada de la metodología de la norma ASTM se tiene:

$\% \text{Na}_2\text{O} = (V_c) (N_t) (3.1) (FD) / \text{Peso muestra}$; sustituyendo los datos.

$$\% \text{Na}_2\text{O} = (3.9658 \text{ mL})(0.5N)(3.1)(10) / 20.00 \text{ gramos}$$

$$\% \text{Na}_2\text{O} = 3.0735$$

Posteriormente se determinó el porcentaje $\% \text{SiO}_2$ de la siguiente forma:

Razón de peso = $\% \text{SiO}_2 / \% \text{Na}_2\text{O}$ despejando de ella, el porcentaje de óxido de silicio ($\% \text{SiO}_2$) se tiene:

$$(\% \text{Na}_2\text{O}) (\text{Razón de peso}) = \% \text{SiO}_2$$

$$(3.0735) (2.03) = \% \text{SiO}_2$$

$$\% \text{SiO}_2 = 6.5392$$

Finalmente para encontrar el porcentaje de silicato de sodio puro presente en la solución de silicato de sodio se plantea lo que sigue:

$\% \text{silicato de sodio} = \% \text{Na}_2\text{O} + \% \text{SiO}_2$ sustituyendo los datos:

$$\% \text{silicato de sodio} = 6.2392 + 3.0735$$

$$\% \text{silicato de sodio} = 9.3127$$

Los resultados se resumen en las tablas № 10, № 11 y № 12.

5.5 Cálculo para determinar la acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado.

Se empleo la fórmula tomada del método oficial Ca 5 - 40, para encontrar la acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado, la fórmula se expresa de la siguiente forma:

$$\% \text{ ácido oleico} = (V_c) (N_{\text{NaOH}}) (28.25) / \text{Peso muestra}$$

Donde:

V_c = Volumen corregido de NaOH 0.1N

N = Normalidad teórica del NaOH que es 0.1N

Peso muestra = 56.42 g. para aceite refinado y para crudo 28 g. (Ver anexo N° 11)

Para encontrar la acidez inicial del aceite de soya crudo desgomado sé contó con la siguiente información:

Normalidad del hidróxido de sodio = 0.1N

V_g = 4.1 mL gastado

V_c = V_g x Factor de corrección (ver anexo N° 15)

V_c = 4.1 mL x 1.086

V_c = 4.4527 mL

Peso muestra = 28.2 gramos.

Sustituyendo la información en la fórmula anterior:

$\% \text{ ácido oleico} = (V_c) (N_{\text{NaOH}}) (28.25) / \text{Peso muestra}$

$\% \text{ ácido oleico} = (4.4527 \text{ mL}) (0.1N) (28.25) / 28.2 \text{ g.}$

5.6 Cálculo para encontrar la cantidad de solución de silicato de sodio necesaria para neutralizar 100 gramos del aceite soya crudo desgomado empleando solución de silicato de sodio a los grados 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be.

Para encontrar la cantidad de solución de silicato de sodio que fué necesaria para llevar a cabo el proceso de neutralización, se aplicó la fórmula adaptada de porcentaje de tratamiento la cual se expresa de la siguiente manera:

$$\%(\text{Tx})^1 = (\text{FFA} \times \text{FAC NaO:SiO}_2) + \% \text{ exceso NaO:SiO}_2 / \% \text{NaO:SiO}_2 / 100$$

Se explicará la aplicación de esta fórmula con un ejemplo:

¿Cuánto de solución de silicato de sodio a 10° Be fue necesario agregarle al aceite de soya crudo desgomado para llevar a cabo la neutralización de los ácidos grasos libres?. Para poder resolver lo anterior se contaba con la siguiente información experimental tomada de este trabajo de investigación:

Acidez inicial del a.s.c.d (FFA) = 0.4460, el exceso de la solución de silicato de sodio a utilizar (0.20%), el factor para silicato de sodio FAC (0.1099) (Ver tabla Nº 13)

% SiNa a 10° Be = 7.7801 (ver tabla Nº 12)

%tratamiento (% Tx) =?

Utilizando la fórmula adaptada de porcentaje de tratamiento para silicato de sodio se sustituyen los datos anteriores:

$$\%TX = (FFA \times FAC \text{ NAO:SiO}_2) + \%exceso / \%NAO:SiO_2 / 100$$

$$\%Tx = (0.4460 \times 0.1099) + 0.20\% / 7.7801\% / 100$$

$$\%Tx = 3.2007$$

Se calcula para 500 gr de a. s.c.d

$$3.2007\text{gr de sol Si.So a } 10^\circ\text{Be} \longrightarrow 100\text{gr a. s. c. d}$$

$$X \longrightarrow 500\text{gr a. s. c. d}$$

$$X = 16.0035 \text{ gramos de solución de silicato de sodio a } 10^\circ \text{ Be}$$

Nota: Igual que el ejemplo anterior se realizó para encontrar el %Tx de las soluciones de silicato de sodio a los grados de 18° Be, 26° Be, y 30° Be (ver tabla № 14).

5.7 Cálculos para determinar en el aceite neutro los parametros de calidad tales como: color, fosfátidos, áidez, jabón y pérdida por refinación.

Al aceite obtenido después del proceso experimental de neutralización se le realizaron los análisis de color, acidez, jabón, fosfátidos y pérdida por refinación utilizando para este fin las siguientes fórmulas:

Color: Expresado en escala de amarillo, rojo, y azul se realizó empleando un colorímetro ver especificaciones en el anexo Nº 19.

Fosfátidos: Expresados en porcentaje ⁽¹⁹⁾

$$\% \text{ de fósforo} = \frac{10 (A - B)}{W \times V}$$

$$W \times V$$

$$\% \text{ fosfátidos} = \% \text{ de fósforo} \times 30$$

Donde:

A = Contenido de fósforo en la alícuota de la muestra en mg

B = Contenido de fósforo en la alícuota del blanco en mg

W = Peso de la muestra en g.

V = Volumen de la alícuota tomada.

Acidez: Expresada en % de ácido oleico.

$$\% \text{ ácido oleico} = (V_c) (N_{\text{NaOH}}) (56.40) / \text{Peso muestra}^{(19)}$$

Donde:

V_c = Volumen corregido de NaOH 0.1N a partir del factor de corrección (ver anexo Nº 15).

N = Normalidad teórica del NaOH que es 0.1N

Peso muestra = 56.42 gramos para aceite refinado (Ver anexo Nº 11)

4. Jabón: expresada en partes por millón (ppm) de oleato de sodio

$$\text{ppm de oleato de sodio} = V_{\text{C HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times 30.44^{(19)}$$

Donde:

V_{C} = Volumen corregido a partir del factor de corrección. (Ver anexo Nº 16)

V_{g} = Volumen gastado de titulante (ácido clorhídrico 0.01N)

N_{HCl} = Normalidad teórica del ácido clorhídrico 0.01N.

5. Pérdida por refinación expresada en porcentaje:

$$(\text{Peso del aceite crudo} - \text{peso del aceite refinado}) / (\text{Pérdida}) \times 100$$

Se explicará un ejemplo del procedimiento para determinar cada una de las variables de calidad, para esto se eligió arbitrariamente el tratamiento T₄ (0.03% de ácido fosfórico 85% + solución de silicato de sodio a 30° Be).

Para realizar lo anterior se contaba con la siguiente información:

Datos experimentales correspondientes al tratamiento al tratamiento T₄ de la primera repetición.

Vg NaOH 0.1 N	0.500 ml
Vc* NaOH 0.1N	0.543 ml
Vg HCl 0.01N	2.500 ml
Vc** HCl 0.01N	3.975 ml
Peso del a.s.c.d	500.050 g
Peso del a.s.n	471.800 g
Fc del NaOH 0.1N	1.086
Fc del HCl 0.01N	1.59

Nota:

$$* Vc = Vg \text{ de NaOH } 0.1N \times Fc \text{ del NaOH } 0.1N$$

$$**Vc = Vg \text{ del HCl } 0.01N \times Fc \text{ del HCl } 0.01N$$

a) porcentaje de acidez:

$$\% \text{ ácido oleíco} = (Vc) (N_{\text{NaOH}}) (28.25) / \text{Peso muestra}$$

$$\% \text{ ácido oleíco} = (0.543\text{mL}) (0.1N) (28.25) / 57.05 \text{ gramos}$$

$$\% \text{ ácido oleíco} = 0.0271$$

b) Partes por millón (ppm) de Jabón:

$$\text{.ppm de oleato de sodio} = V_{\text{HCl}} \times N_{\text{HCl}} \times 30.44^{18}$$

ppm de oleato de sodio = (3.975ml) (0.01N) (30.44)

ppm de oleato de sodio = 1.2100

c) Porcentaje de pérdida por refinación:

% pérdida por refinación = $\text{Peso a.s.c.d} - \text{peso a.s.n} / (\text{Peso a.s.c.d}) \times 100$

% pérdida por refinación = $500.05 - 471.80 / (500.05 \text{ g}) \times 100$

% pérdida por refinación = 5.65 g.

d) determinación del color.

El color se determinó utilizando un colorímetro en escala lovibon, en la escala de comparación con el estándar de dicho colorímetro presenta la siguiente escala de color. (Ver especificaciones en el anexo 19)

Amarillo: 50.00

Rojo: 10.00

Azul = 0

e) porcentaje de fosfátidos.

Para encontrar la cantidad de fosfátidos presente en el tratamiento T₄ se realizaron los siguientes pasos:

1. Encontrar la ecuación de la línea recta de la curva de calibración (preparada con los estándares) por medio regresión lineal (utilizando calculadora científica)
2. Utilizar la ecuación de la curva de calibración, para encontrar el contenido de fósforo en la alícuota (A)

3. Encontrar el porcentaje de fósforo y el equivalente en fosfátidos en la muestra.

Para prepara la curva de calibración se tomaron los valores de absorbancia de los estándares de fósforo, que se encuentran reflejados en la tabla N° 16

TABLA N° 16. VALORES DE ABSORBANCIA DE LOS ESTÁNDARES DE FOSFATO DIHIDROGENO; PARA PREPARAR CURVA DE CALIBRACIÓN.

Y ABSORBANCIA	X Mg DE FÓSFORO
0.000	0.000
0.057	0.011
0.114	0.020
0.236	0.040
0.351	0.060
0.466	0.080
0.585	0.100

Por medio de regresión lineal utilizando el método de mínimos cuadrados se determinó el valor de a (5.85529) y b (– 0.000877133).

La ecuación de la línea recta que corresponde a la curva de calibración quedó expresada de la siguiente forma:

$$Y = 5.85529 X - 0.000877133 \text{ con un } r = 0.9987$$

Donde

Y = Absorbancia

X = Miligramos (mg) de fósforo

r= Coeficiente de regresión lineal

Despejando de la ecuación la variable "X" la expresión queda de la siguiente manera:

$X = Y + 0.000877133 / 5.85529$; esta última expresión despejada sirvió para encontrar el contenido de fósforo en la alícuota del tratamiento T₄ para ello se utilizaron los datos contenidos en la tabla Nº 17.

TABLA Nº 17. VALORES DE ABSORBANCIA DE LOS DOCE TRATAMIENTOS DEL ACEITE DE SOYA NEUTRO PARA DETERMINAR FOSFÁTIDOS.

TRATAMIENTOS	ABSORBANCIA (Y) REPETICIÓN 1	ABSORBANCIA (Y) REPETICIÓN 2
BLANCO	0.001	0.001
T ₁	0.098	0.097
T ₂	0.080	0.082
T ₃	0.075	0.076
T ₄	0.070	0.071
T ₅	0.065	0.064
T ₆	0.062	0.060
T ₇	0.058	0.055
T ₈	0.050	0.050
T ₉	0.048	0.047
T ₁₀	0.040	0.041
T ₁₁	0.031	0.032
T ₁₂	0.024	0.024

En la tabla № 17 se encuentra la siguiente información:

Absorbancia de la muestra T₄ de la primera repetición = 0.070

Absorbancia del blanco = 0.001

Sustituyendo la información de absorbancia del tratamiento T₄ y la del blanco en la fórmula de la curva de calibración con el objetivo de encontrar la cantidad de fósforo en la alícuota en ambos se tiene.

$$X = Y + 0.000877133 / 5.85529.$$

Para el blanco

$$X = 0.001 + 0.0008771 / 5.85529$$

X = 0.000320 mg de fósforo en el blanco

Para el tratamiento T₄

$$X = 0.070 + 0.0008771 / 5.85529$$

X = 0.0121 mg de fósforo en la alícuota del tratamiento T₄

Con los datos anteriores se aplicaron las fórmulas para encontrar el porcentaje de fósforo y su equivalente en fosfátidos:

$$\% \text{ de fósforo} = \frac{10 (A - B)}{W \times V}$$

$$W \times V$$

Donde:

$$A = 0.0121 \text{ mg}$$

$$B = 0.000320 \text{ mg}$$

$$W = 3.0161 \text{ g.}$$

$$V = 10 \text{ mL.}$$

Sustituyendo los datos

$$\% \text{ de fósforo} = \frac{10 (0.0121 - 0.000320)}{3.0161 \times 10\text{mL}}$$

% de fósforo = 0.0039 en el tratamiento T₄

El equivalente en fosfátidos:

$$\% \text{ fosfátidos} = \% \text{ de fósforo en la muestra} \times 30$$

$$\% \text{ fosfátidos} = 0.0039\% \times 30$$

$$\% \text{ fosfátidos} = 0.1172\%$$

Todos los resultados de las variables de calidad para cada uno de los doce tratamientos de aceite de soya crudo desgomado se encuentran resumidos en el anexo Nº 14.

CAPITULO V
RESULTADOS E INTERPRETACIONES.

5.0 RESULTADOS E INTERPRETACIONES.

Para evaluar el comportamiento de los factores en estudio y sus respectivos niveles (ácido fosfórico y soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé), se utilizó el diseño completamente al azar en arreglo factorial 3x4 con dos repeticiones. Los niveles de cada factor son: Para el silicato de sodio cuatro niveles ($s_1 = 10^\circ\text{Be}$, $s_2 = 18^\circ\text{Be}$, $s_3 = 26^\circ\text{Be}$ y $s_4 = 30^\circ\text{Be}$) y para el factor ácido fosfórico concentrado tres niveles ($a_1 = 0.03\%$, $a_2 = 0.04\%$ y $a_3 = 0.05\%$).

EL análisis de varianza (ANVA), utilizado para darle cumplimiento a los objetivos se realizó en varias etapas que se explican a continuación:

5.1 PRUEBA DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA.

La prueba de homogeneidad de varianza se realiza mediante la aplicación de la prueba de Cochran, el objetivo de esta prueba es conocer que si en los resultados de las variables en estudio (color, acidez, jabón, fosfátidos y pérdida por refinación), no se violan los supuestos del análisis de varianza (Normalidad, Independencia y homogeneidad de varianza); esto se midió, considerando únicamente el principio de homogeneidad de varianza de los tratamientos (ya que si se cumple el principio de homogeneidad de varianza, también se cumplen los principios de normalidad e independencia); el cual se expresa matemáticamente con la siguiente prueba de hipótesis:

$H_0 = \sigma_1^2 = \sigma_2^2 = \sigma_3^2 = \sigma_4^2 = \dots = \sigma_{12}^2 = 0$; significa que la varianza de cada uno de los tratamientos son homogéneas.

El procedimiento para comprobar la hipótesis fue el siguiente:

5.1.1 Cálculo del valor de Cochran calculado (Cc) utilizando la siguiente

fórmula:

$$Cc = \sigma^2 \text{ mayor} / \sum_{i=1}^n \sigma_i^2 ; \text{ Donde :}$$

Cc = Valor de Cochran calculado.

σ^2 = Varianza mayor del i-esimo tratamiento.

$$\sum_{i=1}^n \sigma_i^2 \text{ Sumatoria de las varianzas de los tratamientos.}$$

Para darle aplicación a esta expresión matemática, se calculó inicialmente los valores de las varianzas de los tratamientos para cada una de las variables a evaluar y los resultados se resumen en las tablas № 19, № 20, № 21, № 22 y № 23. Con estos resultados de varianzas para cada una de las variables en estudio, utilizando la expresión matemática enunciada arriba se encontró el valor de Cochran calculado (Cc) con un nivel de confianza de $\alpha = 0.05$ y estos resultados se resumen en la tabla № 18.

TABLA Nº18. VALORES DE COCHRAN CALCULADOS PARA LAS VARIABLES EN ESTUDIO CON UN $\alpha = 0.05$.

VARIABLE	FOSFATIDOS	ACIDEZ	JABÓN	PÉRDIDA POR REFINACIÓN	COLOR
Cc	0.3303 ^{NS}	0.5147 ^{NS}	0.0143 ^{NS}	0.2544 ^{NS}	0.4441 ^{NS}

Especificación:

N.S: Indica que no hay significancia estadística al 5% de probabilidad; las varianzas de los tratamientos son homogéneas.

TABLA Nº 19. VALORES DE VARIANZA DE LOS TRATAMIENTOS EN ESTUDIO PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS; PARA EVALUAR EL SUPUESTO DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA DENTRO DE LOS TRATAMIENTOS.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES	VARIANZA
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	2.42×10^{-6}
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	5.12×10^{-6}
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	1.81×10^{-6}
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	1.62×10^{-6}
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	0.00
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	1.33×10^{-6}
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	1.80×10^{-6}
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	1.44×10^{-6}
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
Sumatoria		1.55×10^{-5}

TABLA N° 20. VALORES DE VARIANZA DE LOS TRATAMIENTOS EN ESTUDIO PARA LA VARIABLE ÁCIDEZ; PARA EVALUAR EL SUPUESTO DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA DENTRO DE LOS TRATAMIENTOS.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES	VARIANZA
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	0.00
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	5.00×10^{-9}
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	5.00×10^{-9}
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	1.51×10^{-5}
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	2.00×10^{-8}
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	5.00×10^{-9}
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	5.00×10^{-9}
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	1.40×10^{-5}
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
SUMATORIA		2.91×10^{-5}

TABLA N° 21. VALORES DE VARIANZA DE LOS TRATAMIENTOS EN ESTUDIO PARA LA VARIABLE JABÓN PARA EVALUAR EL SUPUESTO DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA DENTRO DE LOS TRATAMIENTOS.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES	VARIANZA
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	1.17×10^{-3}
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	1.17×10^{-3}
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	1.17×10^{-3}
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	1.17×10^{-3}
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	1.17×10^{-3}
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	1.17×10^{-3}
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	0.00
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	1.17×10^{-3}
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
Sumatoria		8.19×10^{-3}

TABLA N° 22. VALORES DE VARIANZA DE LOS TRATAMIENTOS EN ESTUDIO PARA LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN PARA EVALUAR EL SUPUESTO DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA DENTRO DE LOS TRATAMIENTOS.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES	VARIANZA
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	3.76×10^1
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	1.19×10^1
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	8.41×10^2
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	2.06×10^1
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	0.00
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	2.52×10^1
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	2.38×10^1
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	8.41×10^2
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	1.19×10^1
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
Sumatoria		1.47

TABLA N° 23. VALORES DE VARIANZA DE LOS TRATAMIENTOS EN ESTUDIO PARA LA VARIABLE COLOR ROJO PARA EVALUAR EL SUPUESTO DE HOMOGENEIDAD DE VARIANZA.

TRATAMIENTOS	ESPECIFICACIONES	VARIANZA
$T_1 = a_1s_1$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	0.00
$T_2 = a_1s_2$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_3 = a_1s_3$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	5.00×10^{-3}
$T_4 = a_1s_4$	0.03% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	0.00
$T_5 = a_2s_1$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	4.50×10^{-2}
$T_6 = a_2s_2$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	2.45×10^{-1}
$T_7 = a_2s_3$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	0.00
$T_8 = a_2s_4$	0.04% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	4.50×10^{-2}
$T_9 = a_3s_1$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 10° Be	4.50×10^{-2}
$T_{10} = a_3s_2$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 18° Be	0.00
$T_{11} = a_3s_3$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 26° Be	4.50×10^{-2}
$T_{12} = a_3s_4$	0.05% de Ac.fos.con + SiSo a 30° Be	1.25×10^{-1}
Sumatoria		0.555

5.1.2 Calcular el valor de Cochran tabla (Ctab).

Para encontrar el valor de Cochran tabla (Ctab) se utilizaron las tablas de Cochran; tomando en cuenta el nivel de significancia (α) y los grados de libertad (gl). En este trabajo el valor de significancia utilizado fue 0.05 y los grados de libertad se obtuvieron restando al número de tratamientos la unidad (g.l = 12-1). Correlacionando estos datos ($\alpha = 0.05$ y g.l = 12-1) en la tabla de Cochran el valor corresponde a 0.599.

5.1.3 Comparación del valor de Cc con el valor de Ctab.

Comparando los valores de Cochran calculado (Cc) para cada una de las variables en estudio: jabón, color, acidez, fosfátidos y pérdida por refinación (ver tabla Nº 18) con el valor de Ctab (0.599) para un nivel de confianza del 5%, Se determino que Cc es menor que Ctab por lo tanto se cumple el principio de homogeneidad de varianza; es decir las varianzas de los tratamientos son homogéneas por lo que no fue necesario transformar los datos en ninguna de las variables en estudio.

5.2 ANALISIS DE VARIANZA (ANVA) USANDO EL PROGRAMA MSTATC.

La técnica de análisis de varianza se aplicó para determinar si existen diferencias significativas entre los niveles de cada factor en estudio (dosis de ácido fosfórico y soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé) y su correspondiente interacción.

Para cada factor se demostró la hipótesis nula (H_0) respectivamente. Para el procesamiento de los datos se utilizó el programa estadístico MSTATC y el ayudante conocido como MST⁽⁶⁾. El procedimiento comprende dos fases:

5.2.1 Crear el archivo de datos mediante el uso del ayudante MST.

Para crear el archivo se clasificaron las variables en estudio:

Variables independientes

V_1 = Repetición (2).

V_2 = Efecto del factor A ($a_1 = 0.03\%$, $a_2 = 0.04\%$ y $a_3 = 0.05\%$).

V_3 = Efecto del factor S ($s_1 = 10^\circ$ Be, $s_2 = 18^\circ$ Be, $s_3 = 26^\circ$ Be y $s_4 = 30^\circ$ Be).

Variables dependientes:

V_4 = Porcentaje de fosfátidos (expresado en porcentaje de fosfátidos).

V_5 = Porcentaje de acidez (expresado en porcentaje de ácido oleico).

V_6 = Jabón (expresado en partes por millón de oleato de sodio).

V_7 = Color expresado en escala rojo, (a la escala de color amarillo y azul no se le realizó el análisis estadístico porque no sufrieron modificación con los factores A y S ver anexo 14).

V_8 = Pérdida por refinación expresado en porcentaje.

Una vez creado el archivo se utiliza el menú principal MSTATC y los resultados obtenidos del análisis de varianza se encuentran resumidos en las tablas Nº 24, Nº 28, Nº 32, Nº 36 y Nº 40.

5.2.2 Prueba de Duncan.

Esta se empleo para determinar la diferencia de medias de los niveles de cada factor y así determinar el nivel mas efectivo.

Para realizar la prueba se aplicó programa MSTAT-C y los resultados se plasman en las tablas № 25, № 26, № 29, № 30, № 33, № 34, № 37, № 38, № 41 y № 42.

5.3 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS CON LOS NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (FACTOR A), NIVELES DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (FACTOR S) Y LA INTERACCIÓN (A X S) ENTRE AMBOS FACTORES.

5.3.1 Análisis e interpretación de los resultados para fosfátidos con ácido fosfórico (A).

Los fosfátidos son considerados catalizadores tóxicos de los procesos de refinamiento de aceites y por ello es necesario eliminarlos del aceite.

En el aceite de soya se encuentran dos tipos de fosfátidos, los hidratables que son removidos sin ninguna dificultad del aceite y los no hidratables, que son sales de calcio y de magnesio; para su eliminación necesitan un pre-tratamiento con ácido fosfórico concentrado, en los porcentajes de tratamiento de 0.01-1%⁽⁸⁾ ó dosificar la cantidad de éste, utilizando una fórmula en la cual se necesita cuantificar al Ca^{+2} y el Mg^{+2} para su aplicación.⁽⁸⁾ El pre-tratamiento con ácido

fosfórico tiene la finalidad de convertir los fosfátidos no hidratables en hidratables y de esa manera son eliminados en el proceso de refinación.⁽¹⁾

En el análisis del ANVA para la variable fosfátidos ver tabla N° 24 se observa que el valor "F" calculada para el ácido fosfórico concentrado (factor A) es significativa (9143.7797**) al 1% de probabilidad; pues el valor de probabilidad que da el programa de MSTAT-C es menor que el valor de $\alpha = 0.01$. Es decir que al menos una de las dosis de ácido fosfórico concentrado produce efectos diferentes en la cantidad de los fosfátidos, a un nivel de confianza del 1% de probabilidad. Lo cual significa que bajo las condiciones iniciales del aceite de soya crudo desgomado: Acidez, fosfátidos, etc, existe únicamente el 1% de error (ver tabla N° 13).

Según la prueba de Duncan (tabla N° 25) para el mismo nivel de confianza, y tomando en cuenta las condiciones de almacenamiento y procedencia del aceite de soya crudo desgomado así como también las condiciones de laboratorio para realizar este trabajo de investigación; se puede decir, que la dosis de ácido fosfórico que presentó una mayor cantidad de fosfátidos en el aceite de soya crudo desgomado es el que corresponde al nivel $\alpha_1 = 0.03\%$ ($x_{\alpha_1}=0.1365$) y que la dosis de ácido fosfórico que convierte la mayor cantidad de fosfátidos no hidratables en hidratables es el nivel $\alpha_3 = 0.05\%$ ($x_{\alpha_3} = 0.05925$).

TABLA N° 24. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANVA) PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS.

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F CALCULADA	PROBABILIDAD
FACTOR A	2	238.653	119.326	9143.7797**	0.0000
FACTOR S	3	44.762	14.921	1143.3475**	0.0000
INTERACCIÓN (A X S)	6	4.820	0.803	61.5643**	0.0000
ERROR	12	0.157	0.013		0.0000

Especificaciones:

- ✓ Factor A = Dosis de ácido fosfórico.
- ✓ Factor S = Solución de silicato de sodio a diferentes grados baumé.
- ✓ A X S = Interacción entre el factor A y el factor S.
- ✓ ** = Significativo al 1% de probabilidad ($\alpha = 0.01$).
- ✓ * = Significativo al 5% de probabilidad ($\alpha = 0.05$).
- ✓ NS = No significativo probabilidad dada por el programa es mayor que la probabilidad asumida por el investigador ($\alpha = 0.05$ y $\alpha = 0.01$).
- ✓ Las probabilidades dadas por el programa para el factor A, S, e interacción "A X S" son menores a los márgenes de error de $\alpha = 0.05$ Y $\alpha = 0.01$ de probabilidad; por lo tanto los valores de "Fcal" son significativos a esos nivel.
- ✓ Este criterio estadístico se utilizó para evaluar los resultados del ANVA para el resto de las variables en estudio.

TABLA N° 25. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR ÁCIDO FOSFÓRICO (A), PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	0.1365 A	MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	0.1365 A
MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	0.0986 B	MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	0.0986 B
MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	0.0592 C	MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	0.0592 C

Especificaciones:

- ✓ Medias de tratamientos con letras iguales indican que son iguales estadísticamente.
- ✓ Medias de tratamientos con letras diferentes indican que son estadísticamente diferentes.
- ✓ Estos criterios han sido considerados para evaluar el resto de variables.

5.3.2 Análisis e interpretación de los resultados del porcentaje de fosfátidos con solución de silicato de sodio(S).

No existe ninguna referencia bibliográfica que nos indique que las cantidades de fosfátidos se ven disminuidas con el agregado de sustancias cáusticas. Pero al evaluar el comportamiento de las dosis de silicato de sodio a 10° Be, 18° Be 26° Be y 30° Be (factor S) y tomando en cuenta las condiciones iniciales de calidad del aceite de soya crudo desgomado que se utilizó para este experimento, el análisis de ANVA realizado a esta variable (tabla N° 24) indica que el valor de "F" calculada (1143.3475**) es significativa al 1%, demostrando

con ello que existe al menos un nivel de silicato de sodio que produce mayor o menor efecto en la formación de fosfátidos en el aceite.

Los resultados de la prueba de Duncan para un nivel de confianza del 1% demuestran que el nivel $s_4 = 30^\circ \text{Be}$ ($x_{s_4} = 0.0805$); es el que produjo el más bajo contenido de fosfátidos y las más altas cantidades de éste las presentó el nivel $s_1 = 10^\circ \text{Be}$ ($x_1 = 0.1177$) y $s_2 = 18^\circ \text{Be}$ ($x_2 = 0.1022$). Ver tabla siguiente:

TABLA Nº 26. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (S), PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS.

Orden Original			Orden por Rango		
MEDIA 1($s_1=10^\circ\text{Be}$)	0.1177	A	MEDIA 1($s_1=10^\circ\text{Be}$)	0.1177	A
MEDIA 2($s_2=18^\circ\text{Be}$)	0.1022	B	MEDIA 2 ($s_2=18^\circ\text{Be}$)	0.1022	B
MEDIA 3($s_3=26^\circ\text{Be}$)	0.0921	C	MEDIA 3($s_3=26^\circ\text{Be}$)	0.0921	C
MEDIA 4($s_4=30^\circ\text{Be}$)	0.0805	D	MEDIA 4($s_4=30^\circ\text{Be}$)	0.0805	D

53.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción AXS.

Al evaluar la interacción A X S tabla Nº 27 y figura 1, se demuestra que las cantidades de fosfátidos respecto a los niveles de silicato de sodio a diferentes grados baumé, son más bajas con el nivel $a_3 = 0.05\%$ de ácido fosfórico concentrado en combinación con una solución de silicato de sodio a 30°Be (s_4)

En general se puede decir, que "bajo las condiciones iniciales del aceite de soya crudo desgomado" (acidez inicial, cantidad de fosfatidos, etc) se observa

según la figura 1 que una dosis de 0.05% de ácido fosfórico concentrado en combinación con las soluciones de silicato de sodio a 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be **disminuyen** la cantidad de fosfátidos en forma directamente proporcional.

TABLA N° 27. CUADRO DE DOBLE ENTRADA A X S PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS EXPRESADA EN PORCENTAJE.

NIVELES DE SILICATO DE SODIO EN GRADOS BAUMÉ				
NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO.	s ₁ = 10° Be	s ₂ = 18° Be	s ₃ = 26° Be	s ₄ =30° Be
a ₁ = 0.03%	0.165	0.136	0.127	0.118
a ₂ =0.04%	0.109	0.104	0.097	0.084
a ₃ = 0.05%	0.079	0.067	0.052	0.039
Suma	0.353	0.307	0.276	0.241

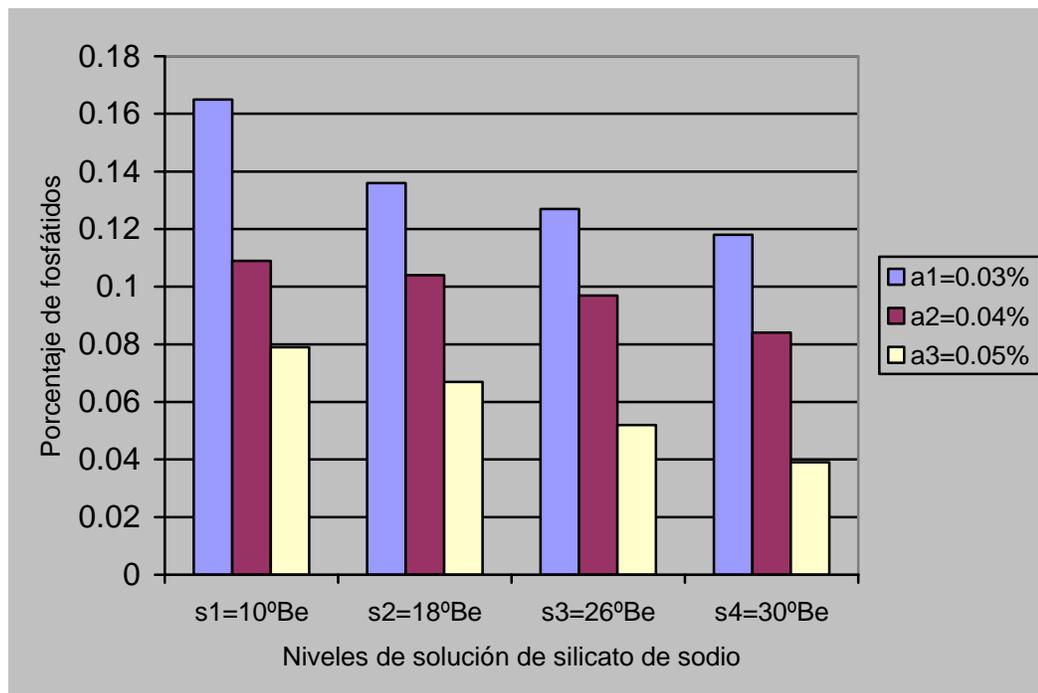


FIGURA 1. INTERACCIÓN AXS PARA LA VARIABLE FOSFÁTIDOS

5.4 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS PARA LA VARIABLE ACIDEZ CON LOS NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (FACTOR A), NIVELES DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (FACTOR S) Y LA INTERACCIÓN (A X S) ENTRE AMBOS FACTORES.

5.4.1 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable acidez con los diferentes niveles de ácido fosfórico.

Los resultados del ANVA resumidos en la tabla N° 28 demuestran que el aceite presenta diferencias significativas en el porcentaje de acidez cuando a este se le agregan diferentes dosis de ácido fosfórico concentrado; pues la probabilidad

establecida por el programa MSTATC es menor que los niveles de $\alpha = 0.05$ y $\alpha = 0.01$.

Al analizar los resultados con la prueba de Duncan para un nivel de confianza del 1% que se resumen en la Tabla N° 29; se demuestra que las medias de los tratamientos para el nivel $a_3 = 0.05\%$ de ácido fosfórico ($\bar{x}_{a_3} = 0.0578$) es mayor que la media obtenida para el nivel $a_1 = 0.03\%$ ($\bar{x}_{a_1} = 0.0312$); esto indica que el porcentaje a_1 (0.03%) presenta una menor acidez que el porcentaje a_3 (0.05%). Este resultado se debe a que los aceites aumentan el grado de acidez cuando se les trata con ácido fosfórico concentrado previo al proceso de neutralización y este aumento depende de la dosis de ácido que se esté utilizando y esto se considera un punto crítico, ya que si se utiliza una mayor cantidad de ácido para llevar a cabo el pre-tratamiento se necesitará agregar más cantidad de sustancia neutralizante (solución de silicato de sodio), para que reaccione con el exceso producido de ácido lo cual provoca entre otros problemas un aumento en la emulsión de la fase aceite – jabón aumentando las pérdidas de aceite refinado, además un mayor gasto de materias primas que implica un aumento en los costos de producción.⁽⁷⁾

TABLA N° 28. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANVA) PARA LA VARIABLE ÁCIDEZ.

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F CALCULADA	PROBABILIDAD
FACTOR A	2	28.478	14.239	584.6717**	0.0000
FACTOR S	3	15.279	5.093	209.1190**	0.0000
INTERACCIÓN (AXS)	6	3.596	0.599	24.6101**	0.0000
ERROR	12	0.292	0.024		0.0000

TABLA N° 29. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR ACIDO FOSFÓRICO (A), VARIABLE ACIDEZ.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1(a ₁ =0.03%)	0.0312 A	MEDIA 3(a ₃ =0.05%)	0.0578 A
MEDIA 2 (a ₂ =0.04%)	0.0470 B	MEDIA 2 (a ₂ =0.04%)	0.0470 B
MEDIA 3 (a ₃ =0.05%)	0.0578 C	MEDIA 1(a₁=0.03%)	0.0312 C

5.4.2 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable acidez con solución de silicato de sodio (S).

El proceso de refinación consiste en agregar al aceite una cantidad dosificada de sustancia cáustica con el objetivo de disminuir el contenido de ácidos grasos libres en el aceite con las menores pérdidas,⁽⁷⁾ esto se logra mediante una reacción de neutralización.

En este trabajo de investigación la reacción de neutralización ocurre de la siguiente forma:



Según la reacción estequiométrica se tiene que un mol-gramo de óxido de sodio reacciona con dos moles-gramo de los ácidos grasos libres para formar jabón. Para que la reacción se vea favorecida y evitar un aumento en la emulsificación de la fase aceite – jabón es necesario optimizar la cantidad de silicato de sodio. Al evaluar los resultados del ANVA (ver tabla N° 28) para el factor S (soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé), se puede observar que existen diferencias significativas en el porcentaje de acidez del aceite cuando este es tratado con las soluciones de silicato de sodio a 10° Be, 18° Be, 26° Be y 30° Be. Los resultados obtenidos con la prueba de Duncan para este factor demuestran que la solución de silicato de sodio a 30° Be (s_4) disminuye eficientemente la acidez que una solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3) y esta a su vez resulta mejor para disminuir la acidez que una solución a 18° Be (s_2) y 10° Be (s_1).

TABLA N° 30. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO PREPARADA A DIFERENTES GRADOS BAUMÉ (S), VARIABLE ACIDEZ.

Orden Original			Orden por Rango		
Media 1 ($s_1=10^\circ\text{Be}$)	0.0580	A	Media 1 ($s_1=10^\circ\text{Be}$)	0.0580	A
Media 2 ($s_2=18^\circ\text{Be}$)	0.0453	B	Media 2 ($s_2=18^\circ\text{Be}$)	0.0453	B
Media 3 ($s_3=26^\circ\text{Be}$)	0.0417	C	Media 3 ($s_3=26^\circ\text{Be}$)	0.0417	C
Media 4 ($s_4=30^\circ\text{Be}$)	0.0272	D	Media 4 ($s_4=30^\circ\text{Be}$)	0.0272	D

5.4.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción AXS.

En la interacción (ver tabla N° 31 y figura 2) se observa que el porcentaje de acidez expresado en ácido oleico del aceite de soya crudo desgomado es más bajo en el nivel s_4 (30° Be), con respecto al porcentaje de ácido fosfórico al 0.03% (a_1) y a medida se aumenta el grado baumé de la solución de silicato de sodio la acidez disminuye para las dosis a_2 (0.04%) y a_3 (0.05%).

TABLA N° 31. CUADRO DE DOBLE ENTRADA A X S PARA LA VARIABLE ÁCIDEZ EXPRESADA EN PORCENTAJE DE ÁCIDO OLEICO.

NIVELES DE SILICATO DE SODIO EN GRADOS BAUMÉ				
NIVELES DE ÁCIDO FOSFORICO	$s_1= 10^\circ$ Be	$s_2= 18^\circ$ Be	$s_3= 26^\circ$ Be	$s_4=30^\circ$ Be
$a_1= 0.03\%$	0.038	0.033	0.027	0.027
$a_2=0.04\%$	0.057	0.049	0.044	0.038
$a_3= 0.05\%$	0.079	0.054	0.054	0.043
Suma	0.174	0.136	0.125	0.108

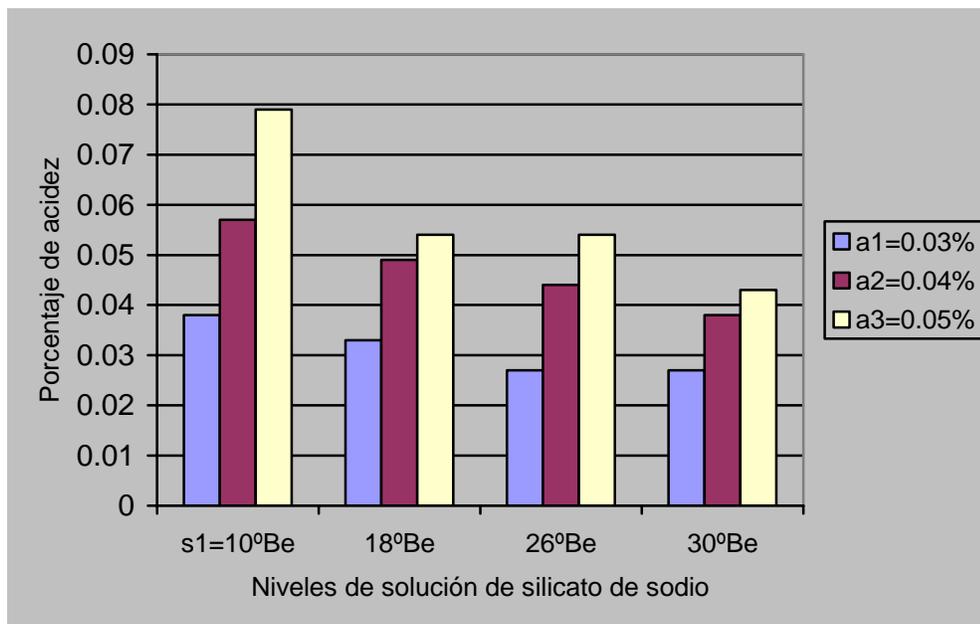


FIGURA 2. INTERACCIÓN AXS PARA LA VARIABLE ACIDEZ

5.5 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS PARA LA VARIABLE JABÓN CON LOS NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (FACTOR A), NIVELES DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (FACTOR S) Y LA INTERACCIÓN (A X S) ENTRE AMBOS FACTORES.

5.5.1 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable jabón con los diferentes niveles de ácido fosfórico

En el proceso de neutralización se forma como producto de reacción jabón y la cantidad que se forma va a depender del exceso de ácido fosfórico que haya quedado sin reaccionar con la sustancia utilizada como neutralizante (silicato de sodio); es por eso que cantidades mayores de jabón indican que ha quedado un

exceso de ácido, que no ha sido neutralizado en el proceso de refinación, provocando una mayor emulsificación del jabón en el aceite, lo cual produce una mayor pérdida del aceite.

Para evaluar el comportamiento del factor A (dosis de ácido fosfórico) en la producción de jabón en el aceite se realiza el análisis de varianza, (ver tabla Nº 32), en la cual se demuestra que F calculada es significativa (1127.2860^{**}) al 1% de probabilidad; es decir que existe al menos un nivel de ácido fosfórico que es mejor que el resto de los niveles.

Según la información dada por la prueba de Duncan en la tabla Nº 33, se tiene que el nivel a_3 (0.05%) de ácido fosfórico concentrado, produjo una menor cantidad de jabón y las cantidades mayores de jabón son formadas por los niveles a_2 (0.04%) y a_1 (0.03%) respectivamente.

TABLA Nº 32. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANVA) PARA LA VARIABLE JABÓN.

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F CALCULADA	PROBABILIDAD
FACTOR A	2	154.043	77.021	1127.2860**	0.0000
FACTOR S	3	119.344	39.781	582.2382**	0.0000
INTERACCIÓN (A X S)	6	297.837	49.639	726.5239**	0.0000
ERROR	12	0.820	0.068		0.0000

TABLA Nº 33. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR ÁCIDO FOSFÓRICO (A), VARIABLE JABÓN EXPRESADA EN PARTES POR MILLÓN DE ÁCIDO OLEICO.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	1.2220 B	MEDIA 2($a_2=0.04\%$)	1.3067 A
MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	1.3067 A	MEDIA 1($a_1=0.03\%$)	1.2220 B
MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	0.7322 C	MEDIA 3($a_3=0.05\%$)	0.7322 C

5.5.2 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable jabón con solución de silicato de sodio (S).

Cuando se produce en la etapa de neutralización un exceso de ácido fosfórico que ha quedado sin reaccionar se debe de neutralizar con un exceso de solución neutralizante para evitar la emulsificación del jabón en el aceite y disminuir las pérdidas por refinación.

Según los resultados del ANVA (tabla Nº 32) se observa que en los niveles del factor A (soluciones de silicato de sodio a diferentes grados baumé) producen efectos diferentes en la cantidad de jabón formado, es decir que por lo menos un nivel de solución de silicato de sodio produce mayor o menor cantidad de jabón en el aceite.

Los resultados de la prueba de Duncan para este factor indican que la solución de silicato de sodio que menor cantidad de jabón produce en el aceite de soya es la de 30° Be (s_4).

TABLA № 34. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR SOLUCIONES DE SILICATO DE SODIO (S) PARA LA VARIABLE JABÓN.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($s_1=10^\circ$ Be)	1.1133 A	MEDIA 3($s_3=26^\circ$ Be)	1.2990 A
MEDIA 2($s_2=18^\circ$ Be)	1.2180 B	MEDIA 2 ($s_2=18^\circ$ Be)	1.2180 B
MEDIA 3 ($s_3=26^\circ$ Be)	1.2990 C	MEDIA 1($s_1=10^\circ$ Be)	1.1133 C
MEDIA 4 ($s_4=30^\circ$ Be)	0.7177 D	MEDIA 4($s_4=30^\circ$ Be)	0.7177 D

5.5.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción A X S.

El comportamiento de la interacción entre los dos factores en estudio se presentan en la tabla № 35 y figura 3; en esta última se muestra que la dosis de 0.05% (a_3) de ácido fosfórico concentrados con respecto a una solución de silicato de sodio a 30° Be (s_4) este tratamiento presenta las menores cantidades de jabón seguida por una solución a 26° Be (s_3) con respecto a la misma cantidad de ácido fosfórico.

TABLA № 35. CUADRO DE DOBLE ENTRADA A X S PARA LA VARIABLE JABÓN EXPRESA EN PARTES POR MILLÓN DE OLEATO DE SODIO.

NIVELES DE SILICATO DE SODIO EN GRADOS BAUMÉ				
NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO	$s_1= 10^\circ$ Be	$s_2= 18^\circ$ Be	$s_3= 26^\circ$ Be	$S_4=30^\circ$ Be
$a_1 = 0.03\%$	1.089	0.750	1.815	1.234
$a_2 = 0.04\%$	1.089	2.057	1.452	0.629
$a_3 = 0.05\%$	1.162	0.847	0.630	0.290
Suma	3.340	3.654	3.897	2.153

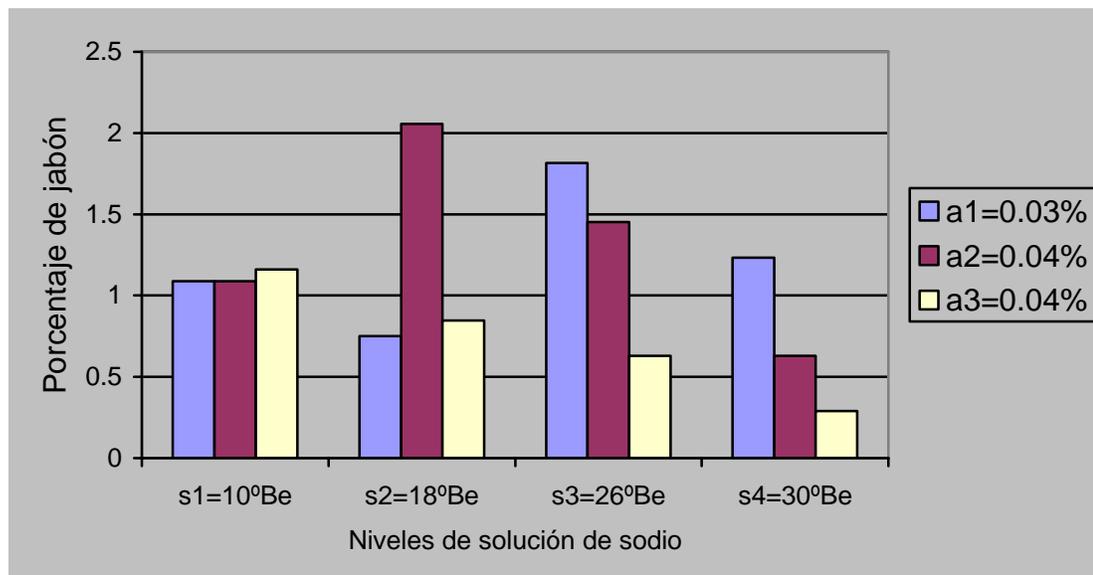


FIGURA 3. INTERACCIÓN AXS PARA LA VARIABLE JABÓN.

5.6 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS PARA LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN CON LOS NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (FACTOR A), NIVELES DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (FACTOR S) Y LA INTERACCIÓN (A X S) ENTRE AMBOS FACTORES.

5.6.1 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable pérdida por refinación con ácido fosfórico (A).

El disminuir la pérdida por refinación es uno de los principales objetivos que se persigue cuando se lleva a cabo el proceso de refinación. Este se ve aumentado o disminuido por algunos factores, tales como:

1) El método que se utiliza para separar el aceite neutro del producto de neutralización (borra de neutralización),⁽¹⁾ 2) El exceso de ácido fosfórico que haya quedado sin reaccionar, 3) La cantidad de silicato de sodio utilizada en la etapa de neutralización. Considerando estos factores es importante optimizar la dosis de ácido fosfórico y la solución de silicato de sodio que se requieren para llevar a cabo el proceso de refinación.

Según los resultados del análisis de varianza (ver tabla № 36) se puede ver que existen diferencias significativas en la pérdida del aceite, cuando este es tratado con diferentes dosis de ácido fosfórico; es decir que al menos un nivel de ácido fosfórico producirá una mayor o menor pérdida del aceite refinado.

Según la prueba de Duncan (ver tabla № 37) los resultados de la variable pérdida por refinación para el factor A (ácido fosfórico concentrado) a un nivel de confianza del 1% demuestran que la menor pérdida del aceite refinado se obtiene con el nivel $a_3 = 0.05\%$ de ácido fosfórico ($x_{a_3} = 4.1870$).

TABLA № 36. ANÁLISIS DE VARIANZA (ANVA) PARA LA VARIABLE
PÉRDIDA POR REFINACIÓN.

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F CALCULADA	PROBABILIDAD
FACTOR A	2	963.442	481.721	16246.7841**	0.0000
FACTOR S	3	7663.920	2554.640	86159.1926**	0.0000
INTERACCIÓN (A X S)	6	7825.234	1364.206	43986.3556**	0.0000
ERROR	12	0.356	0.030		0

TABLA № 37. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR ÁCIDO FOSFÓRICO (A), PARA LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	6.4250 A	MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	6.4250 A
MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	5.7980 B	MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	5.7980 B
MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	4.1870 C	MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	4.1870 C

5.6.2 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable pérdida por refinación con soluciones de silicato de sodio (S).

Al interpretar el efecto del factor S (soluciones de silicato de sodio) en la pérdida del aceite en la tabla № 36 se determinó que existen diferencias significativas al 1% de probabilidad; es decir que existen uno o mas niveles de silicato de sodio que estas produciendo los mejores efectos en la pérdida por refinación.

De acuerdo a los resultados con la prueba de Duncan se observa que la menor pérdida de aceite la ocasiona la solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3).

TABLA № 38. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (S) PARA LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1($s_1=10^\circ\text{Be}$)	6.78 A	MEDIA 1($s_1=10^\circ\text{Be}$)	6.78 A
MEDIA 2($s_2=18^\circ\text{Be}$)	5.51 B	MEDIA 2 ($s_2=18^\circ\text{Be}$)	5.51 B
MEDIA 3($s_3=26^\circ\text{Be}$)	4.12 D	MEDIA 4($s_4=30^\circ\text{Be}$)	5.47 C
MEDIA 4($s_4=30^\circ\text{Be}$)	5.47 C	MEDIA 3($s_3=26^\circ\text{Be}$)	4.12 D

5.6.3 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción AXS.

Para evaluar el comportamiento de los dos factores se utiliza la información que presenta la figura 4 y la tabla № 39 y se observa que la pérdida más baja de aceite se consigue con la dosis a_3 (0.05%) de ácido fosfórico concentrado en relación a una solución de silicato de sodio a 26° Be.

Es interesante recalcar, que también se consigue una disminución de la pérdida del aceite cuando este se somete a un tratamiento con ácido fosfórico al 0.04%(a_2) y una solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3).

TABLA № 39. CUADRO DE DOBLE ENTRADA A X S PARA LA VARIABLE
PÉRDIDA POR REFINACIÓN EXPRESADA EN PORCENTAJE.

NIVELES DE SILICATO DE SODIO EN GRADOS BAUMÉ				
NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO	$s_1= 10^\circ\text{Be}$	$s_2= 18^\circ\text{Be}$	$s_3= 26^\circ\text{Be}$	$s_4=30^\circ\text{Be}$
$a_1= 0.03\%$	6.10	7.99	5.99	5.62
$a_2=0.04\%$	7.50	4.38	4.38	6.93
$a_3= 0.05\%$	6.74	4.17	1.99	3.85
Suma	20.34	16.54	12.36	16.4

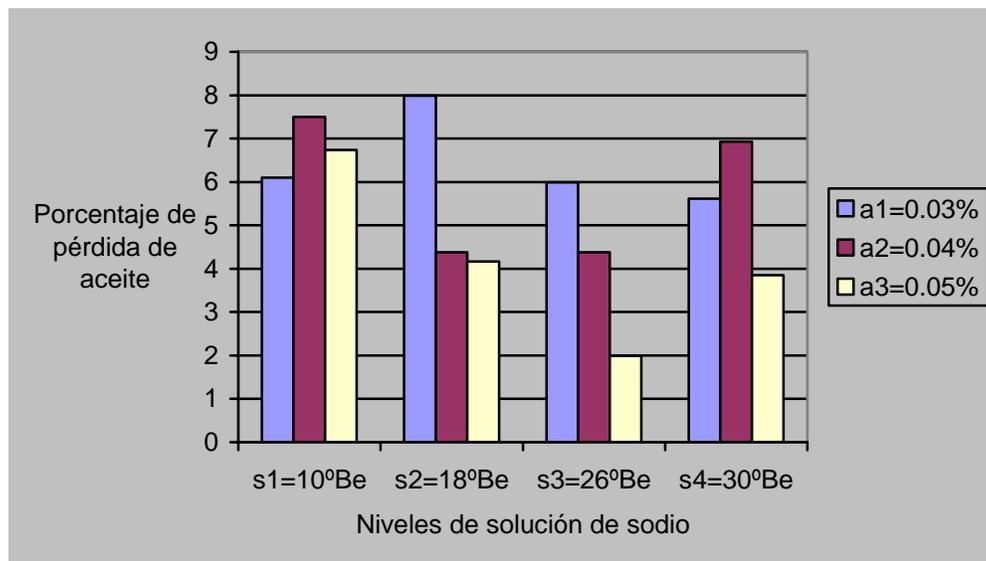


FIGURA 4. INTERACCIÓN AXS PARA LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN

5.7 ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS PARA LA VARIABLE COLOR ROJO CON LOS NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO (FACTOR A), NIVELES DE SOLUCIÓN DE SILICATO DE SODIO (FACTOR S) Y LA INTERACCIÓN (A X S) ENTRE AMBOS FACTORES.

5.7.1 Análisis e interpretación de los resultados de la prueba de ANVA para la variable color rojo con ácido fosfórico (A) y solución de silicato de sodio (S).

Un parámetro físico que se les mide a los aceites vegetales incluyendo al aceite de soya, es el color, que se mide en varias escalas. En este trabajo se utilizó la escala lovibond que se expresa en tres colores: Azul, rojo y amarillo.

La disminución del color en los aceites especialmente el rojo se obtiene por medio de una etapa de refinamiento llamada etapa de blanqueo, en la cual por medio de una sustancias con propiedades adsorventes disminuyen los carotenoides (pigmentos rojo y naranja presentes en el aceite de soya) los cuales se encuentran en un contenido de 40-50 ppm y los pigmentos verdes (clorofila y foefitina) que se encuentran de 1-2 ppm⁽⁸⁾

Por lo explicado anteriormente el color amarillo y azul (ver anexo 14) no sufre ninguna modificación, en este trabajo de investigación "bajo las condiciones iniciales del aceite de soya crudo desgomado y las condiciones de laboratorio". La tabla Nº 40 presenta el resultado del ANVA realizado a la variable color rojo; se demuestra que los valores de F calculada para los factores A y S fueron no significativos; pues la probabilidad dada por el programa MSTATC es mayor que los valores de $\alpha = 0.01$ y $\alpha = 0.05$; lo cual indica que el color rojo del aceite de soya crudo desgomado no se modifica con las diferentes dosis de ácido fosfórico concentrado ($a_1 = 0.03\%$, $a_2 = 0.04\%$, $a_3 = 0.05\%$) y las soluciones de silicato de sodio ($s_1=10^0$ Be, $s_2= 18^0$ Be , $s_3=26^0$ Be, $s_4=30^0$ Be).

TABLA Nº 40. ANÁLISIS DE VARIANZA PARA LA VARIABLE COLOR, EXPRESADA EN LA ESCALA DEL ROJO

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADO DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADO MEDIO	F CALCULADA	PROBABILIDAD
FACTOR A	2	17.333	8.667	1.8739^{NS}	0.1958
FACTOR S	3	40.458	13.486	2.9159^{NS}	0.0778
INTERACCIÓN (A X S)	6	84.667	14.111	3.0511*	0.0473
ERROR	12	55.500	4.625		

Lo anteriormente expuesto se demuestra en las tablas 41 y 42 en donde según la prueba de Duncan para ambos factores, las medias para los niveles ácido fosfórico concentrado y solución de silicato de sodio (a diferentes grados baumé) resultaron ser estadísticamente iguales (están representados por la misma letra), es decir que ningún nivel de los dos factores A y S mejoran el color rojo del aceite de soya crudo desgomado.

TABLA Nº 41. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR ÁCIDO FOSFÓRICO (A), PARA LA VARIABLE COLOR.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($a_1=0.03\%$)	9.81 A	Media 3 ($a_3=0.05\%$)	9.86 A
MEDIA 2 ($a_2=0.04\%$)	9.66 A	Media 2 ($a_2=0.04\%$)	9.81 A
MEDIA 3 ($a_3=0.05\%$)	9.86 A	Media 1 ($a_1=0.03\%$)	9.66 A

TABLA Nº 42. PRUEBA DE DUNCAN PARA EL FACTOR SILICATO DE SODIO (S), PARA LA VARIABLE COLOR.

ORDEN ORIGINAL		ORDEN POR RANGO	
MEDIA 1 ($s_1=10^\circ$ Be)	9.90 A	MEDIA 1 ($s_1=10^\circ$ Be)	9.90 A
MEDIA 2 ($s_2=18^\circ$ Be)	9.78 A	MEDIA 4 ($s_4=30^\circ$ Be)	9.87 A
MEDIA 3 ($s_3=26^\circ$ Be)	9.57 A	MEDIA 2 ($s_2=18^\circ$ Be)	9.78 A
MEDIA 4 ($s_4=30^\circ$ Be)	9.87 A	MEDIA 3 ($s_3=26^\circ$ Be)	9.57 A

5.7.2 Análisis e interpretación de los resultados de la interacción AXS.

La tabla Nº 43 y la figura 5 muestran que hay dependencia entre los niveles de ambos factores (A y S). Si se observa la figura se nota que el color sufre una

disminución utilizando un porcentaje de ácido fosfórico al 0.03% (a_1) con respecto a una solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3).

TABLA Nº 43. CUADRO DE DOBLE ENTRADA A X S PARA LA VARIABLE COLOR EXPRESADA EN ESCALA DEL ROJO.

NIVELES DE SILICATO DE SODIO EN GRADOS BAUMÉ				
NIVELES DE ÁCIDO FOSFÓRICO	$s_1= 10^\circ \text{ Be}$	$s_2= 18^\circ \text{ Be}$	$S_3= 26^\circ \text{ Be}$	$s_4=30^\circ \text{ Be}$
$a_1 = 0.03\%$	10.00	10.00	9.25	10.00
$a_2 = 0.04\%$	9.85	9.35	9.60	9.85
$a_3 = 0.05\%$	9.85	10.00	9.85	9.75
Suma	29.70	29.35	28.70	29.60

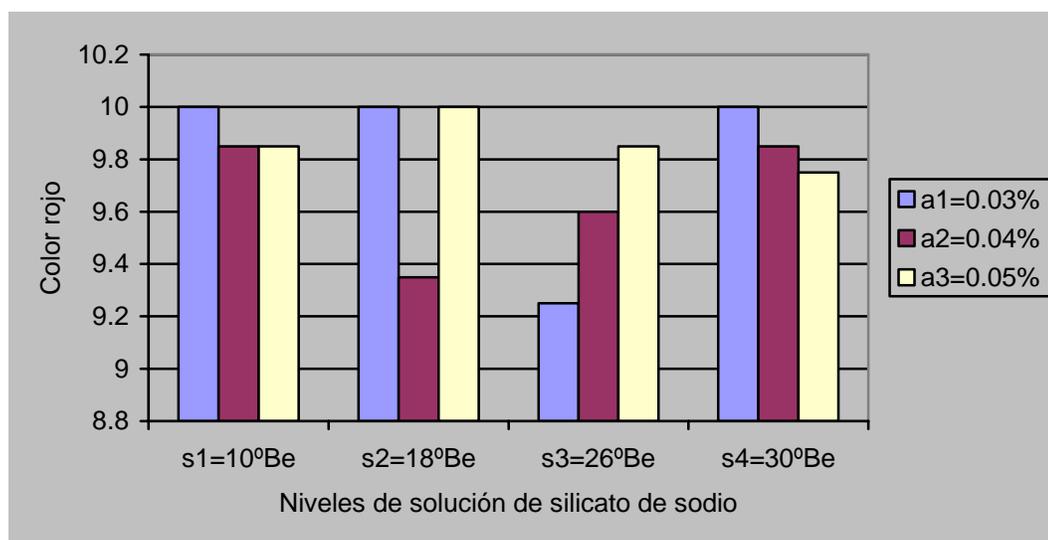


FIGURA 5. INTERACCIÓN AXS PARA LA VARIABLE COLOR

CAPITULO VII
CONCLUSIONES

7.0 CONCLUSIONES

1. De las tres dosis de ácido fosfórico evaluados ($a_1 = 0.03\%$, $a_2 = 0.04\%$ y $a_3 = 0.05\%$), el pre-tratamiento óptimo para disminuir el porcentaje de fosfátidos fue el nivel de 0.05% (a_3); este resultado es importante porque permite la obtención de un aceite de buena calidad.
2. La solución de silicato de sodio a 30° Be (s_4) es la que permitió obtener la más baja cantidad de ácidos grasos libres en el aceite de soya crudo desgomado.
3. El tratamiento del aceite de soya crudo desgomado con una solución de silicato de sodio a 30° Be (s_4) y un pre-tratamiento de ácido fosfórico al 0.05% (a_3) favorece la reacción de neutralización, disminuyendo significativamente la presencia de partículas de jabón.
4. Utilizando una solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3) y un pre-tratamiento con ácido fosfórico de 0.05% (a_3) se logra disminuir la pérdida del aceite por refinación.
5. Al evaluar la interacción de los niveles del factor ácido fosfórico y soluciones de silicato de sodio, la disminución del color rojo se logra con

un pre-tratamiento con ácido al 0.03% (a_1) y una solución de silicato de sodio a 26° Be (s_3).

6. El aceite de soya crudo desgomado al ser refinado utilizando una solución de silicato de sodio a 30° Be y un pre-tratamiento con ácido fosfórico al 0.05%, presenta una disminución significativa en el grado de acidez, en el contenido de fosfátidos, en el contenido de partículas de jabón y en la pérdida de aceite neutro. Estos resultados indican que el método de refinación con silicato de sodio favorece los parámetros de calidad del aceite de soya refinado, además de ser amigable con el medio ambiente, ya que durante todo el proceso de refinación no se generan aguas de lavados.

CAPITULO VIII
RECOMENDACIONES

8.0 RECOMENDACIONES.

1. Toda industria aceitera debe contar con un equipo de alta precisión para medir la cantidad de fosfátidos, así como de calcio y magnesio tanto en el aceite crudo como en el refinado, ya que ellos son determinantes para el pre-tratamiento a realizar con ácido fosfórico.
2. Optimizar la cantidad de ácido fosfórico que se necesita agregar para la realización de la refinación del aceite de soya crudo desgomado.
3. Optimizar la cantidad de solución de silicato de sodio que se necesita agregar al aceite para garantizar la neutralización de los ácidos grasos libres con la menor pérdida de aceite llevando a cabo otros experimentos en donde se modifiquen las condiciones iniciales del aceite de soya crudo desgomado como son: Acidez inicial, su contenido de fosfátidos etc.
4. Desarrollar un método de separación, que garantice la separación del aceite neutro de las sustancias remanentes indeseables tales como: partículas de jabón, fosfátidos, metales, aldehídos, cetonas, sustancias coloreadas y productos de reacción, con la menor pérdida del aceite.

5. Validar la fórmula adaptada de porcentaje de tratamiento para silicato de sodio para ser utilizada en la refinación de los aceites vegetales.
6. Aplicar el método de refinación con silicato de sodio al aceite de canola aceite de palma u otros aceites vegetales.
7. Desarrollar nuevos métodos de refinamiento de aceites de diferentes orígenes que sean amigables con el medio ambiente.
8. Realizar posteriores investigaciones sobre el efecto que tienen los silicatos para eliminar la clorofila en algunos aceites vegetales

BIBLIOGRAFIA

1. Autino, H. 2001. "Recopilación de artículos técnicos". Edición 1-41. Rosario. Editorial ASAGA. Tomo I, II, III.
2. Bockisch, M. 1998. "Fat and Oils Hand Book". Editorial AOCS.
3. Canales, F. 1986. "Metodología de la Investigación" P. 133 a la 193.
4. Charles, D. 1961. "Handbook of Mistry and Physic". United States of América. Forty-Trird. Editorial Hadgmand.
5. Barreto, H. 1988,"CIMMYT Programa de Capacitación en maiz", Versión 1.0, ayudante M.S.T, México D.F.
6. Bonilla, G. 1986. "Elementos de estadística descriptiva y probabilidades". Editorial U.C.A. El Salvador. Capitulo10. Pag.265-266
7. Erickson, D. "Practical hand book of Soybean Processing and Utilization". Champaign, Illinois. Editorial AOCS Press.
8. Erickson, D. "Handbook of Soy Oil Processing and Utilization". Champaign, Illinois. Editorial American Soybean Association and American Oil Chemist's Society.
9. Hernández, E. "Seminario del uso de silicato de sodio soluble en al refinación del aceite de soya crudo desgomado". Junio del 2002. México.
10. <http://www.tamu.edu/fatsandoils/FAONEWS.htm>
11. <http://www.es/es/html/prod-silicatos.Shtml?nauprod>
12. <http://www.silmaco.com/En/main-En.htm>

13. Hoyer, H. J. 2000. "Producción del Aceite, Pasta y Harina de Soya". México. Editorial ASA.
14. Kenneth – F – Kubraka Oxy. Com
15. Kirk, R. 1962. "Enciclopedia de Tecnología Química". 1ª Edición. México. Editorial Unión Tipográfica 1962.
16. NORMA A. S. T. M. ANNUAL BOOK Standards. 1975. Philadelphia. Editorial Staff Priented, USA. Tomo30.
17. Nuila, J. 1990. "Manual de diseños experimentales con aplicación a la agricultores y ganadería".
18. O'Brien, R.C2000. "Introduction to Fat and Oils Technology". Champaign, Illinois. Editorial AOCS Pross.
19. Official Methods and recommended Practicas of The A.O.C.S. 1997. Fifth edition American oil chemistry society. Champaign, Illinois.
20. Ramírez, J. 1964. "Farmacia y Química de compuestos Minerales"
21. The United States Pharmacopea Official from, 1990. January
22. Treviño, F. XII Congreso Latinoamericano de Grasas y Aceites y breves consideraciones sobre refinación de aceite". Noviembre del 2001. En Costa Rica.
23. Winton, Ch. "Aceites Vegetales"
24. Ziller, S. 1996. "Grasas y Aceites Alimenticias". Zaragoza, España Editorial Acribia S. A.

GLOSARIO

Aceite crudo desgomado: Es aquel que ha pasado por el proceso de desgomado (eliminación de fosfátidos hidratables)

Aceite Neutralizado: Es aquel, que ha sido tratado con solución cáustica generalmente hidróxido de sodio (NaOH) para la neutralización de los ácidos grasos libres ⁽¹⁾

Borra de Neutralización: Producto de reacción entre un álcali cáustico con los ácidos grasos libres de los aceites vegetales ⁽¹⁾

Escala de Iovibond: Escala de color establecida por estándares británicos y otros estándares internacionales, la cual va desde rojo, amarillo, azul y neutro ⁽¹⁾

Diseño experimental: Es la planificación correcta de un experimento, para obtener la máxima información ⁽¹⁷⁾

Diseño estadístico: Es un arreglo especial que se da a las variables en estudio con el objetivo de obtener una cantidad máxima de información ⁽¹⁷⁾

Experimento: Es un proceso que permite comprobar mediante la práctica algún hecho ⁽¹⁷⁾

Experimentos complejos: Son llamados también factoriales, que se utilizan para estudiar simultáneamente dos o más factores ⁽¹⁷⁾

Factor: Es todo aquello que introduce variación en la respuesta de las unidades experimentales ⁽¹⁷⁾

Grado baumé: Sistema para medir y expresar la gravedad específica de los líquidos. Medición hecha con un hidrómetro ⁽¹⁵⁾

Hidrómetro o Aerómetro: Instrumento que flota usado para medir la gravedad específica de los líquidos ⁽¹⁵⁾

Óxido de Silicio: Componente de los silicatos de sodio líquidos ⁽¹⁵⁾

Óxido de Sodio: Componente de los silicatos de sodio líquidos ⁽¹⁵⁾

Razón de Peso: Relación de peso entre el óxido de silicio y el óxido de sodio ⁽¹⁵⁾

- Repetición: Es el número de veces que un tratamiento aparece en un experimento ⁽¹⁷⁾
- Silicato de Sodio Líquido: Solución Coloidal que resulta al disolver el vidrio de silicatos de sodio ⁽¹⁵⁾
- Tiempo de retención: Es el tiempo de reacción entre un álcalis cáustica (NaOH) con el aceite que se ha de refinar ⁽¹⁾
- Tratamiento: Es un conjunto de condiciones controladas y su comportamiento se observa en la unidad experimental ⁽¹⁷⁾
- Unidad experimental: Es el material o lugar sobre el cual se aplican los tratamientos en estudio ⁽¹⁷⁾
- Variable: Es toda característica medible de una unidad experimental ⁽¹⁷⁾

ANEXOS

ANEXO 1
REACTIVOS.

REACTIVOS

- Ácido fosfórico al 85%.
- Ácido sulfúrico al 85%.
- Ácido clorhídrico concentrado.
- Ácido clorhídrico 0.01 N.
- Ácido clorhídrico 0.5 N.
- Perlas de Hidróxido de sodio.
- Perlas de Hidróxido de potasio.
- Hidróxido de Sodio 0.1 N.
- Sulfato de Hidracina.
- Biftalato de Potasio.
- Carbonato de sodio.
- Óxido de Zinc (grado reactivo).
- Molibdato de sodio (grado reactivo).
- Fosfato de hidrógeno de potasio.
- Silicato de sodio líquido alcalino de 50° Be.
- Indicador de fenolftaleina.
- Indicador rojo de metilo.
- Indicador Anaranjado de Metilo
- Indicador de bromofenol
- Aceite de Soya crudo desgomado.
- Agua destilada.
- Agua libre de CO₂

ANEXO 2
EQUIPO Y CRISTALERIA.

EQUIPO Y CRISTALERIA

- Balones Volumétricos de: (500.0 mL, 100.0 mL., 50.0 mL., 25.0 mL.).
- Cono Volumétrico de 250.0 mL.
- Pipetas Volumétricas de: (1.0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0, 25.0, 50.0).
- Pipeta Morh de: (1ml, 10 mL.).
- Erlenmeyer de 250 mL.
- Bureta (25.0 mL, 10.0 mL).
- Beaker de (600mL, 250mL, 100mL, 50mL, 30mL).
- Embudos de vidrio de cuello largo.
- Agitadores de vidrio.
- Agitador magnético.
- Crisoles.
- Cápsula de porcelana.
- Pizetas.
- Perrillas.
- Malla de asbesto.
- Soporte.
- Pinza para bureta.
- Pinza de extensión.
- Pinza para crisol.
- Hot Plate con agitador mecánico.
- Celda de vidrio para colorímetro.

- Termómetro.
- Celda para espectro fotómetro.
- Espectro fotómetro de absorción atómica.
- Colorímetro para aceites.
- Estufa.
- Mufla.
- Desecador.
- Densímetro es escala baumé.
- Papel Filtro de poros grande (corriente).
- Papel Filtro Watman No. 42.
- Papel Toalla.
- Detergente.

ANEXO 3

CERTIFICADO DE ANÁLISIS DEL SILICATO DE SODIO LÍQUIDO A 50° Be.

Vessel: M/T "Panam Flota"
Facility: Vapor Terminal, Deer Park, Texas
Port Of: Houston, Texas
Product: Sodium Silicate Liquid Alkaline- 50 Orden N°: 446951
Date Of: Customer Orden N°: 02/248
Report: 5- Sep-02
Control File N°: H53372

Análisis basado en pruebas de laboratorio, reporta lo siguiente:

TETS	"GATX 046372"	"HOKX 112271"	"HOKX 112149"
Na ₂ O, wt%	14.68	14.68	14.68
SiO ₂ wt%	29.76	29.76	29.76
Total de solido, (peso)	44.44	44.44	44.44
Razon de peso (SiO ₂ /Na ₂ O)	2.03	2.03	2.03
Gravedad a 20° Be	50.00	50.00	50.00
Gravedad especifica @ 20°C	1.530	1.530	1.530

ANEXO 4

**CUADRO Nº 6. COMPOSICIÓN DEL SILICATO DE SODIO
LÍQUIDO ALCALINO DE 50° Be.**

% Na ₂ O	14.69
% SiO ₂	29.38
Aluminio	100 - 200 ppm
Arsénico	No detectado a < 3.0 ppm
Calcio	20 – 50 ppm
Cadmio	No detectado a < 0.1 ppm
Cloro	No detectado a < 0.5 ppm
Mercurio	No detectado a < 0.2 ppm
Magnesio	10 – 20 ppm
Níquel	No detectado a < 0.5 ppm
Zinc	< 2.0 ppm

ANEXO Nº 5

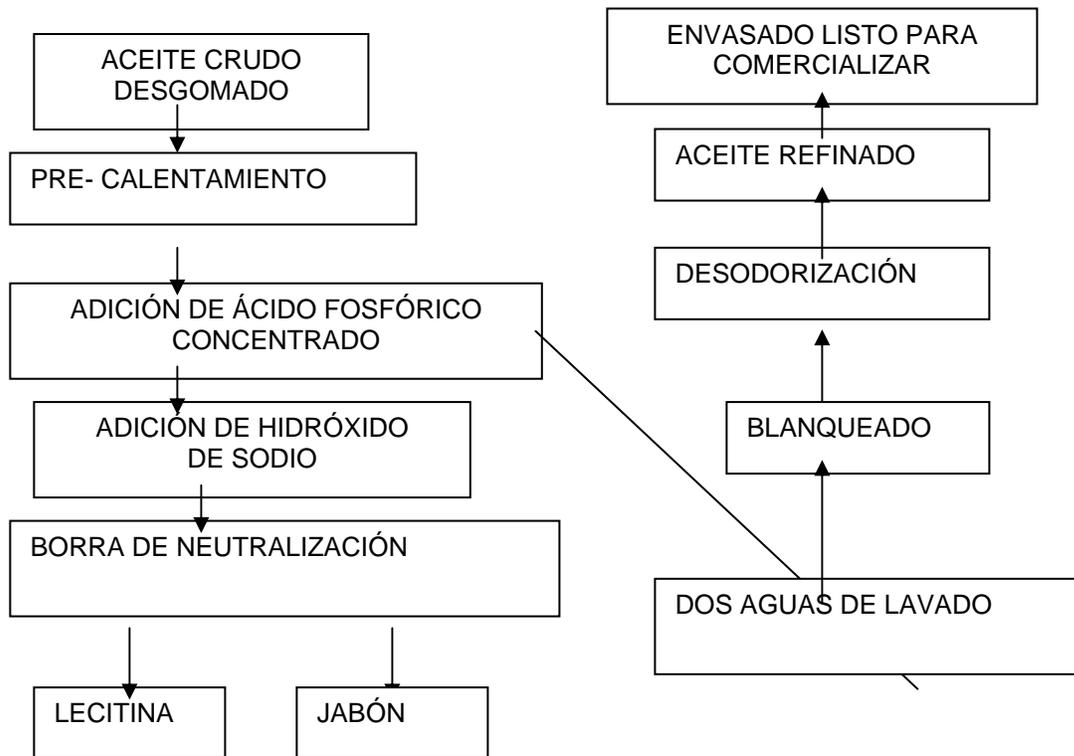


FIGURA Nº 5. FLUJOGRAMA DE UNA PLANTA DE REFINACIÓN.

ANEXO Nº 6

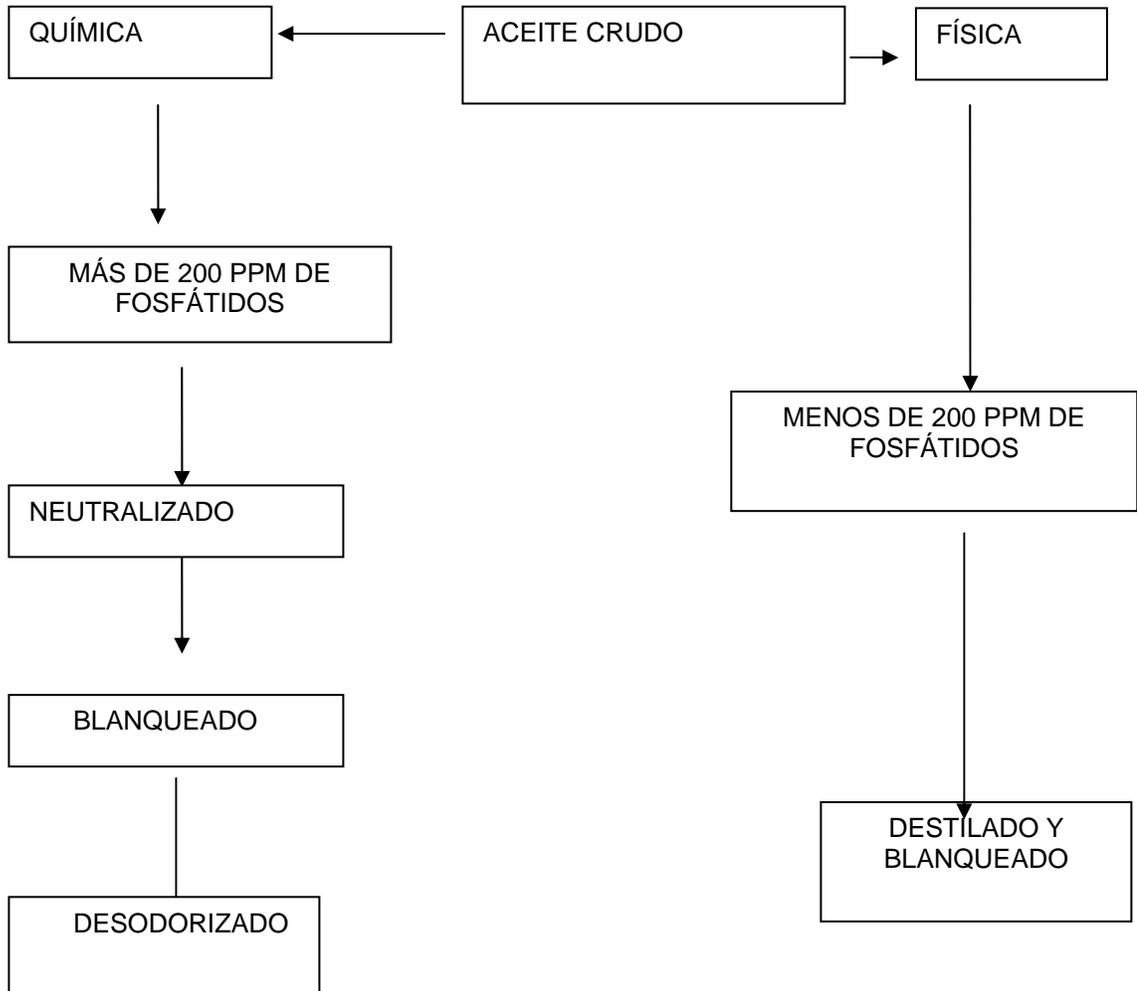


FIGURA Nº 6. UTILIZACIÓN DE LA REFINACIÓN QUÍMICA VRS FÍSICA

ANEXO 7

CUADRO Nº 7. CONTROL DE CALIDAD PARA ACEITE DE SOYA CRUDO.

Fecha	Hora	N° cristalizador	Tanque uno	Acidez %	Color lovibond		
					R	AM	AZ
08-01-05	00.15	400	Soya cruda	0.460	9.6	50	0.00
08-01-05	2.55	401	Soya cruda	0.470	9.6	50	0.00
08-01-05	10.40	400	Soya cruda	0.530	9.6	50	0.00
08-01-05	14.00	401	Soya cruda	0.540	9.6	50	0.00
08-1-05	20.30	400	Soya cruda	0.410	8.3	40	0.00
09-01-05	23.30	401	Soya cruda	0.310	9.0	40	0.00

Especificaciones:

- R = Color rojo, AM = Amarillo, AZ= Azul
- ANÁLISIS REALIZADOS POR SUMMA INDUSTRIAL

ANEXO 8

MÉTODO DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR ALCALINIDAD TOTAL COMO OXIDO DE SODIO EN SILICATO DE SODIO.

Procedimiento:

1. Pesar 20 g. de la muestra con una precisión de 1 mg en una balanza analítica.
2. Transferir directamente a un frasco volumétrico de 500.00 mL y disuelva en agua, diluya exactamente a 500.00 mL y mezcle fuertemente
3. Tomar una alicota de 50.0 mL y titular con solución de ácido clorhídrico 0.5N usando el indicador rojo de metilo a la primera aparición de color anaranjado, como punto final.

REFERENCIA: Norma A.S.T.M para silicato de sodio ⁽¹⁶⁾.

ANEXO 9

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR COLOR.

Procedimiento:

1. la grasa o aceite debe de estar completamente líquida, transparente y brillante cuando se haga la determinación
2. Vaciar la muestra preparada a una celda, asegurándose de que la celda este perfectamente limpia y seca y si es necesario recaliente para que no se separe ninguna materia sólida de la muestra durante la determinación.
3. Colocar la celda que contiene la muestra dentro de la cubierta metálica negra, pegada al lado del gabinete de iluminación.
4. Determinar de inmediato el color de la muestra, inicialmente usando las escalas de color en el rango de amarillo 10 a rojo 1. Corregir hasta que se pueda igualar adecuadamente el color, sin mantener necesariamente el rango de amarillo 10 a rojo 1 y usando el mínimo número de unidades azules o negras para poder igualar el color, pero no más de 9.0 azul o 3.0 neutro.
5. Puesto que la fatiga ocular ocurre muy rápidamente, el operador debe descansar los ojos después de cada periodo de igualación de 30 segundos. La prueba debe llevarla a acabo dos operadores capacitados.
6. Registrar el tamaño de la celda usada y las lecturas de rojo, azul o neutro que forma el color igualado

ANEXO 10

METODOLOGÍA PARA DETERMINAR FOSFÁTIDOS EN ACEITES.

Procedimiento:

1. Pesar 3.0-3.2g de muestra de aceite de soya y colocar en un crisol limpio y previamente tarado (secar en una estufa a 105°C durante una hora y enfriar luego en un desecador) y agregar 0.5g de óxido de zinc.
2. Calentar fuertemente en una cocina, hasta que la muestra este concentrada, luego disminuir gradualmente el calor hasta que este completamente carbonizada
3. Colocar el crisol a una mufla a una temperatura de 600°C y mantener durante una hora.
4. Luego enfriar a temperatura ambiente la mufla y retirar el crisol y enfriar en un desecador
5. Agregar a la ceniza 5mL de agua destilada y 5mL de ácido clorhídrico concentrado. Cubrir el crisol con un vidrio de reloj y calentar suavemente a ebullición por 5 minutos en un Hot Plate
6. Filtrar la solución en un balón volumétrico de 100mL utilizando papel filtro whatman numero 42
7. Enfriar la solución a temperatura ambiente y agrega hidróxido de potasio al 50 por ciento hasta la aparición de un precipitado de color blanco.

8. Neutralizar la leve turbidez por adición lenta de gotas de ácido clorhídrico concentrada hasta que el óxido de zinc precipitado se disuelva. Luego adicionar dos gotas en exceso del ácido
9. Diluir a volumen con agua destilada y mezclar fuertemente. Tomar una alícuota de 10 mL con una pipeta volumétrica. y transferir en un balón volumétrico de 50mL
10. Agregar 8.0mL de solución de sulfato de hidracina y 2.0mL de solución de molibdato de sodio (en este orden dado). Tapar e invertir tres o cuatro veces, quitar el tapón y calentar en baño María hasta desarrollar el color
11. Retirar del baño y enfriar a una temperatura de 25°C en un baño de hielo luego diluir a volumen y mezclar fuertemente
12. Transferir la solución a una celda seca y medir la absorbancia a una longitud de onda de 650nm con el instrumento ajustado a cero de absorbancia y a 100 por ciento de transmitancia

Preparar el blanco siguiendo desde el paso 1 hasta el 12 sin agregar la muestra.

Medir el contenido de fósforo de la muestra y la del blanco por comparación de la curva estándar preparada como sigue:

Preparación de la solución stock:

Disolver 1.0967g del fosfato dihidrógeno de potasio (previamente secado a 105°C por una hora) en agua destilada y diluir a 250mL en un frasco volumétrico, esta solución contiene 1mg por mL

Preparación de la solución estándar de trabajo

Preparar pipeteando, 5mL de la solución estándar stock en un balón volumétrico de 50mL y diluir a volumen con agua destilada. Esta solución contiene 0.01mg de fósforo por mL.

Preparación de la curva estándar

Pipetear 0.0, 1.0, 2.0, 8.0 y 10.0 mL de la solución estándar de trabajo en un balón volumétrico de 50 mL. Diluir cada uno con 10 mL de agua destilada usando pipetas volumétricas, y agregar 8 mL de la solución de sulfato de hidracina y 2.0 mL de molibdato de sodio y continuar igual que como en el paso 11 y 12. Las alícuotas responden a 0.0, 0.01, 0.02, 0.04, 0.06, 0.08 y 0.10 mg de fósforo.

ANEXO 11

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR ÁCIDOS GRASOS LIBRES EN ACEITES.

Procedimiento:

1. La muestra debe estar bien mezclada y completamente líquida antes de pesarla. Use la tabla 1.1 adjunta y determine la cantidad de muestra que debe usarse, según rango de ácidos grasos esperados.
2. Pesar la cantidad de muestra en un erlenmeyer de 250 mL agregar la cantidad de alcohol neutro, previamente preparado según la lectura de la tabla 1.1 y 2 mL de indicador de fenolftaleina
3. Titule con hidróxido de sodio 0.1N, agítese vigorosamente hasta la aparición de un color rosado permanente de la misma intensidad del alcohol neutralizado, el color debe persistir por 30 segundos.

TABLA 1.1

AGL RANGO %	gr. de muestra	mL de alcohol	concentración de álcalis N
0.0 - 0.2	56.4	50	0.1
0.2 - 1.0	28.2	50	0.1
1.0 - 30.0	7.05	75	0.25
30.0 – 50.0	7.05	100	0.25
50.0 – 100	3.52	100	1

Donde AGL = Acidez inicial del aceite en % de Ácido Oleico

REFERENCIAS: A.O.C.S. Ca 5-40

ANEXO 12

METODOLOGÍA DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR JABÓN EN ACEITES.

Procedimiento

1. Colocar 100 mL de solución al 2% acetona-agua en un erlenmeyer.
2. Agregar 0.5 mL del indicador de azul de bromo fenol. Neutralizar la mezcla acetona-agua con ácido clorhídrico 0.01N (previamente preparado y estandarizados) hasta la aparición de un color amarillo.
3. Añadir 100 gramos del aceite neutro a la solución neutralizada y titular con ácido clorhídrico 0.01N hasta que aparezca un color amarillo, utilizando como indicador el azul de bromo fenol.
4. Completar rápidamente la titulación una vez iniciada, anotar este valor como cantidad de ácido gastado.

ANEXO 13

PROCEDIMIENTO PARA DETERMINAR LA PÉRDIDA POR REFINACIÓN.

- Pesar 500 gramos del aceite de soya crudo desgomado en un beaker de 600mL.
- Llevar a cabo el proceso de neutralización tal cual se describió en el numeral 4.4.6.
- Filtrar en un beaker de 600mL previamente pesado.
- Por diferencia de peso encontrar la pérdida del aceite después del proceso de neutralización y expresarla en porcentaje.

ANEXO 14

**RESULTADOS DE LOS ANALISIS REALIZADOS A LAS DOCE MUESTRAS
DE ACEITE SOYA PARA EVALUAR EL CONTENIDO DE FOSFÁTIDOS,
ÁCIDEZ, JABÓN, PÉRDIDA POR REFINACIÓN Y COLOR.**

TABLA Nº 44. RESULTADOS DE LA VARIABLE FOSFÁTIDOS EXPRESADA EN PORCENTAJE.

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.1658	0.1636
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.1345	0.1377
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.1261	0.1280
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.1172	0.1190
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.1090	0.1090
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.1041	0.1041
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.0971	0.0971
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.0833	0.0850
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.0802	0.0783
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.0665	0.0665
T11=a ₃ s ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.0512	0.0529
T12=a ₃ s ₄	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.0392	0.0392

**TABLA Nº 45. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR
 DUPLICADO DE LA VARIABLE DE ACIDEZ (%).**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.0380	0.0380
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.0326	0.0326
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.0271	0.0272
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.0271	0.0272
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.0598	0.0543
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.0488	0.0490
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.0434	0.0435
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.0381	0.0380
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	0.0761	0.0814
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	0.0544	0.0544
T11=a ₃ s ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.0544	0.0544
T12=a ₃ s ₄	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.0435	0.0435

**TABLA Nº 46. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR DUPLICADO
DE LA VARIABLE JABÓN EXPRESADA EN PARTES POR
MILLÓN DE OLEATO DE SODIO.**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	1.0648	1.1132
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	0.7744	0.7260
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	1.7908	1.8392
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	1.2100	1.2584
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	1.0648	1.1132
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	2.0812	2.0328
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	1.4520	1.4520
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	0.6292	0.6292
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado+solución de silicato de sodio a 10°Be	0.1616	1.1616
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	0.8712	0.8228
T11=a ₃ s ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	0.6292	0.6292
T12=a ₃ s ₄	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	0.2904	0.2904

**TABLA Nº 47. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR DUPLICADO
DE LA VARIABLE PÉRDIDA POR REFINACIÓN.**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	9.042	9.024
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	13.000	12.996
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	6.988	6.982
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	6.694	6.694
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	11.902	11.898
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	7.168	7.164
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	7.180	7.156
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	11.486	11.484
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	11.904	11.984
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	12.702	12.70
T11=a ₃ s ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	5.644	5.640
T12=a ₃ s ₄	0.05% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	11.494	11.502

**TABLA Nº 48. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR DUPLICADO
DE LA VARIABLE COLOR EXPRESADO EN ROJO.**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	10.000	10.000
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	10.000	10.000
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	9.300	9.200
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 30°Be	10.000	10.000
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 10°Be	10.000	9.700
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 18°Be	9.700	9.000
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado + solución de silicato de sodio a 26°Be	9.600	9.600
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	10.000	9.700
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	9.700	10.000
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	10.000	10.000
T11=a ₃ s ₃	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	10.000	9.700
T12=a ₃ s ₄	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	9.500	10.000

**TABLA Nº 49. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR DUPLICADO
DE LA VARIABLE COLOR EXPRESADO EN AMARILLO.**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	50.00	50.00
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	50.00	50.00
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	50.00	50.00
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	50.00	50.00
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	50.00	50.00
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	50.00	50.00
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	50.00	50.00
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	50.00	50.00
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	50.00	50.00
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	50.00	50.00
T11=a ₃ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	50.00	50.00
T12=a ₃ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	50.00	50.00

**TABLA Nº 50. RESULTADOS DE LAS DOCE MUESTRAS POR DUPLICADO
DE LA VARIABLE COLOR EXPRESADO EN AZUL.**

TRATAMIENTO	ESPECIFICACION	REPETICIÓN	
		I	II
T1=a ₁ s ₁	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	0.00	0.00
T2=a ₁ s ₂	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	0.00	0.00
T3=a ₁ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	0.00	0.00
T4=a ₁ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	0.00	0.00
T5=a ₂ s ₁	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	0.00	0.00
T6=a ₂ s ₂	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	0.00	0.00
T7=a ₂ s ₃	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	0.00	0.00
T8=a ₂ s ₄	0.04% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	0.00	0.00
T9=a ₃ s ₁	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 10°Be	0.00	0.00
T10=a ₃ s ₂	0.05% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 18°Be	0.00	0.00
T11=a ₃ s ₃	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 26°Be	0.00	0.00
T12=a ₃ s ₄	0.03% de ácido fosfórico concentrado+ solución de silicato de sodio a 30°Be	0.00	0.00

ANEXO 15

PREPARACION Y ESTANDARIZACIÓN DEL HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1N

SOLUCIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO 0.1 N ⁽²¹⁾

1. Preparación:

Para preparar 500.0 mL de la solución de hidróxido de sodio 0.1N se partió de una solución concentrada de hidróxido de sodio (NaOH) 1N. Utilizando la siguiente fórmula:

$$C_c V_c = C_d V_d$$

Donde:

C_c = Normalidad de la solución concentrada

V_c = Volumen necesario de la solución concentrada para prepara la solución diluída

C_d = Normalidad de la solución diluida

V_d = Volumen de la solución diluida que se desea preparar

Datos:

C_c = Hidróxido de sodio 1N

V_c ?

C_d = Hidróxido de sodio 0.1N

V_d = 500.0mL

Despejando el V_c de la fórmula y sustituyendo los datos anteriores se tiene:

$$V_{c \text{ NaOH } 1N} = V_d C_d / C_c$$

$$V_{C_{\text{NaOH } 1\text{N}}} = (500\text{mL}) (0.1\text{N}) / 1\text{N}$$

$V_{C_{\text{NaOH } 1\text{N}}} = 50.0\text{ml}$ (se tomó este volumen para la preparación de la solución de hidróxido de sodio 0.1N).

Procedimiento

1. Medir en una pipeta volumétrica 10.0 mL de la solución de hidróxido de sodio 1N (solución madre)
2. Transferir la alícuota en un balón volumétrico de 500.0 mL
3. Agregar 100 mL de agua destilada y mezclar
4. Llevar a volumen con agua destilada

2. Cálculo para la estandarización de la solución de hidróxido de sodio 0.1 N.

biftalato de potasio



204.2 mg

X

hidróxido de sodio



1.0mL de una solución 1N

1.0mL de una solución 0.1N

$$X = 20.42\text{mg de KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$$

3. Gasto teórico del NaOH 0.1N

$$\begin{array}{rcl} 20.42\text{mg de KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 & \text{-----} & 1.0\text{mL de NaOH 0.1N} \\ X & \text{-----} & 10.0\text{mL de NaOH 0.1N} \end{array}$$

$$X = 204.2 \text{ mg KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4 \equiv 0.2042\text{g}$$

4. Determinación de la Normalidad real de la solución de hidróxido de sodio 0.1N.

Normalidad real = peso del estándar primario (g) / V_g (mL) x meq del NaOH 1N

Donde:

V_g = Volumen gastado del hidróxido de sodio 0.1N

meq = Miliequivalentes del hidróxido de sodio 1N

peso del estandar primario = Peso real del biftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$)

Datos:

Peso del estándar primario: 0.2042 gramos

meq: 0.2042 gramos

V_{gastado} : 9.20 mL

Normalidad real = 0.2042 gramos / 9.20ml x 0.2042

Normalidad real = 0.1086

5.0 Cálculo del factor de corrección de la solución de hidróxido de sodio

0.1N.

Factor de corrección = N real / N teórica

N real = 0.1086N

N teórica = 0.1N

Factor de corrección = 0.1086N / 0.1N

Factor de corrección = 1.086

Procedimiento

1. Pesar en balanza analítica 0.204 gramos del estándar primario biftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) (previamente secado a 120°C por dos horas)
2. Disolver en 10.0 mL de agua libre de CO_2 agregar dos gotas de fenolftaleina como indicador
3. titular con hidróxido sodio 0.1N, la aparición de un color rosado indica punto final

ANEXO 16

**PREPARACIÓN Y ESTANDARIZACIÓN DE LA SOLUCIÓN DE ÁCIDO
CLORHIDRÍCO 0.01N.**

SOLUCIÓN DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 0.01 N.⁽²¹⁾

1. Preparación

Para preparar una solución de ácido clorhídrico 0.01N se partió de una solución de HCl 1N utilizando la siguiente fórmula:

$$C_c V_c = C_d V_d$$

Donde:

C_c = Normalidad de la solución concentrada.

V_c = Volumen necesario de la solución concentrada para prepara la solución diluida.

C_d = Normalidad de la solución diluida.

V_d = Volumen de solución diluída que se desea preparar.

Datos:

C_c = Ácido clorhídrico 1N

V_c = ?

C_d = Ácido clorhídrico 0.01N

V_d = 500.0 mL

Despejando el V_c de la fórmula y sustituyendo los datos anteriores se tiene:

$$V_{c \text{ HCl}1\text{N}} = V_d C_d / C_c$$

$$V_{c \text{ HCl}1\text{N}} = (500.0 \text{ mL}) (0.01) / 1 \text{ N}$$

$$V_{c \text{ HCl}1\text{N}} = 5.0 \text{ mL}$$

Procedimiento

1. Medir 5.0 mL de ácido clorhídrico 1N con una bureta directamente a un balón volumétrico de 500.0mL
2. Agregar 100 mL de agua destilada y agitar fuertemente
3. Llevar a volumen con agua destilada

2. Estandarización del ácido clorhídrico 0.01 N

Carbonato de sodio	Ácido clorhídrico
Na_2CO_3	HCl
52.99mg	_____ 1.0 mL de una solución 1N
X	_____ 1.0 mL de una solución 0.01N
X = 0.5299mg	

3. Gasto teórico del HCl 0.01N

Na_2CO_3	HCl 0.01N
0.5299mg	_____ 1.0 mL
X	_____ 20.0 mL

X = 10.598mg esto se peso del estándar primario Na_2CO_3 (carbonato de sodio).

4. Cálculo de la normalidad real de la solución de ácido clorhídrico 0.01N

Normalidad real = peso estándar primario (g) / V_g (mL) x meq del HCL 0.01N

Donde:

V_g = Volumen gastado del ácido clorhídrico 0.01N

meq = Miliequivalentes del ácido clorhídrico 1N

peso del estándar primario = peso real del carbonato de sodio.

Datos:

Peso del estándar primario: 0.01695 gramos

meq: 52.99 mg

$V_{gastado}$: 20.10 mL

Normalidad real = 0.01695 gramos / 20.1 x 0.05299

Normalidad real = 0.0159

5. Factor de corrección = N real / N teórica

N real = 0.0159N

N teórica = 0.01N

Factor de corrección = 0.0159 / 0.01N

Factor de corrección = 1.59

Procedimiento

4. Pesar en balanza analítica 10.598 mg de carbonato de sodio (Na_2CO_3) previamente secado a una temperatura de 270°C durante una hora
5. Disolver en 20 mL de agua y agregar dos gotas de rojo de metilo en un erlenmeyer de 250 mL y calentar a ebullición
6. Adicionar lentamente el ácido clorhídrico 0.01N por medio de una bureta con agitación constante hasta que la solución tenga un color ligeramente rosado
7. Calentar nuevamente a ebullición y continuar titulando hasta que el color rosado no se vea afectado por la ebullición

ANEXO 17

PREPARACION Y ESTANDARIZACION DE LA SOLUCION DE ACIDO

CLORHIDRICO 0.5 N

SOLUCION DE ÁCIDO CLORHÍDRICO 0.5N⁽²¹⁾

1. Preparación

Para preparar la solución de ácido clorhídrico 0.5 N se partió de una solución de HCl 1N utilizando la siguiente fórmula:

$$C_c V_c = C_d V_d$$

Donde:

C_c = Normalidad de la solución concentrada

V_c = Volumen necesario de la solución concentrada para prepara la solución diluida

C_d = Normalidad de la solución diluida

V_d = Volumen de solución diluida que se desea preparar

Datos:

C_c = Ácido clorhídrico 1N

V_c ?

C_d = Ácido clorhídrico 0.5N

V_d = 500.0 mL

Despejando el V_c de la fórmula y sustituyendo los datos anteriores se tiene:

$$V_{c \text{ HCl1N}} = V_d C_d / C_c$$

$$V_{c \text{ HCl1N}} = (500.0\text{mL}) (0.5) / 1 \text{ N}$$

$$V_{c \text{ HCl1N}} = 50.0\text{mL}$$

Procedimiento

Medir 50.0 mL de ácido clorhídrico 1N con una bureta directamente a un balón volumétrico de 500.0 mL

Agregar 100 mL de agua destilada y agitar fuertemente

Llevar a volumen con agua destilada

2. Estandarización del ácido clorhídrico 0.5N

Na_2CO_3		HCl
52.99mg	_____	1.0 mL de una solución 1N
X	_____	1.0 mL de una solución 0.5N

X = 26.50mg Na_2CO_3 (carbonato de sodio)

3. Gasto teórico del HCl 0.01 N

Na_2CO_3	_____	HCl 0.5N
26.50mg	_____	1.0 mL
X	_____	10.0 mL

X = 264.95mg esto se peso del estándar primario Na_2CO_3 (carbonato de sodio)

4. Cálculo de la normalidad real de la solución de ácido clorhídrico 0.5N

Normalidad real = peso estándar primario (g) / V_g (mL) x meq del HCL 0.5N

Donde:

V_g = Volumen gastado del ácido clorhídrico 0.5N

meq = Miliequivalentes del ácido clorhídrico 1N

peso del estándar primario = Peso real del carbonato de sodio

Datos:

Peso del estándar primario: 0.2650gramos

meq: 52.99 mg

$V_{gastado}$: 10.0 mL

Normalidad real = 0.2650gramos / 10.0 mL x 0.05299gramos

Normalidad real = 0.500

Factor de corrección = N real / N teórica

N real = 0.500N

N teórica = 0.5N

5. Factor de corrección = N real / N teórica

Factor de corrección = 0.500N / 0.5N

Factor de corrección = 1.00

Procedimiento

1. Pesar en balanza analítica 10.598 mg de carbonato de sodio (Na_2CO_3) previamente secado a una temperatura de 270°C durante una hora
2. disolver en 20 mL de agua y agregar dos gotas de rojo de metilo en un erlenmeyer de 250 mL y calentar a ebullición
3. enfriar y adicionar lentamente el ácido clorhídrico 0.5N por medio de una bureta con agitación constante hasta que la solución tenga un color ligeramente rosado
4. calentar nuevamente a ebullición y enfriar, continuar titulando hasta que el color rosado no se vea afectado por la ebullición

ANEXO 18

PREPARACION DE LAS SOLUCIONES T S

1. ANARANJADO DE METILO. ⁽²¹⁾

Procedimiento

1. Pesar 100mg de anaranjado de metilo en balanza analítica en un balón volumétrico de 100.0 mL
2. Disolver en 25 mL de agua destilada y llevar a volumen
3. Filtrar la solución.

2. ROJO DE METILO. ⁽²¹⁾

Procedimiento

1. Pesar 100mg del rojo de metilo en balanza analítica en un balón volumétrico de 100.0 mL
2. Disolver en 25 mL de alcohol y llevar a volumen
3. Filtrar la solución resultante.

3. FENOLFTALEINA ⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Pesar 2.5 gramos de fenolftaleina en balanza analítica.
2. Disolver con 100 mL de alcohol.
3. Aforar en un balón volumétrico de 250.0 mL.

4. AZUL DE BROMO FENOL⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Pesar 0.4 gramos de azul de bromo fenol en balanza analítica.
2. Disolver en 15 mL de agua caliente
3. Aforar hasta un volumen de 100.0 mL.

5. PREPARACION DE LA MEZCLA 2% ACETONA-AGUA⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Medir 20 mL de acetona utilizando una bureta directamente en un balón volumétrico de 1000.0 mL
2. Agregar 200 mL de agua destilada y agitar fuertemente
3. Llevar a volumen con agua destilada.

6. SOLUCION DE HIDROXIDO DE POTASIO AL 50%⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Pesar 50 gramos de hidróxido de potasio y disolver en 50 gramos de agua libre de CO₂
2. Dejar enfriar la solución
3. Envasar en un recipiente de plástico.

7. SOLUCION DE SULFATO DE HIDRAZINA ⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Pesar en balanza analítica 0.150 gramos de sulfato de hidracina
2. Transferir la muestra en un balón volumétrico de 1000.0 mL y agregar 200 mL de agua destilada
3. Mezclar fuertemente
4. Llevar a volumen.

8. SOLUCION DE MOLIBDATO DE SODIO. ⁽¹⁹⁾

Procedimiento

1. Agregar 70 mL de ácido sulfúrico concentrado a 150 mL de agua destilada, enfriar a temperatura
2. Agregar luego 6.25 gramos de molibdato de sodio
3. Diluir a 250.0 mL en un balón volumétrico
4. Mezclar fuertemente

ANEXO 19

ESPECIFICACIONES DEL COLORÍMETRO

Marca: lovibond.

Modelo: E Tintometer L322E.

Tipo de muestra: Líquida.

Escala de color: rojo, amarillo, azul y neutro.



ANEXO 20

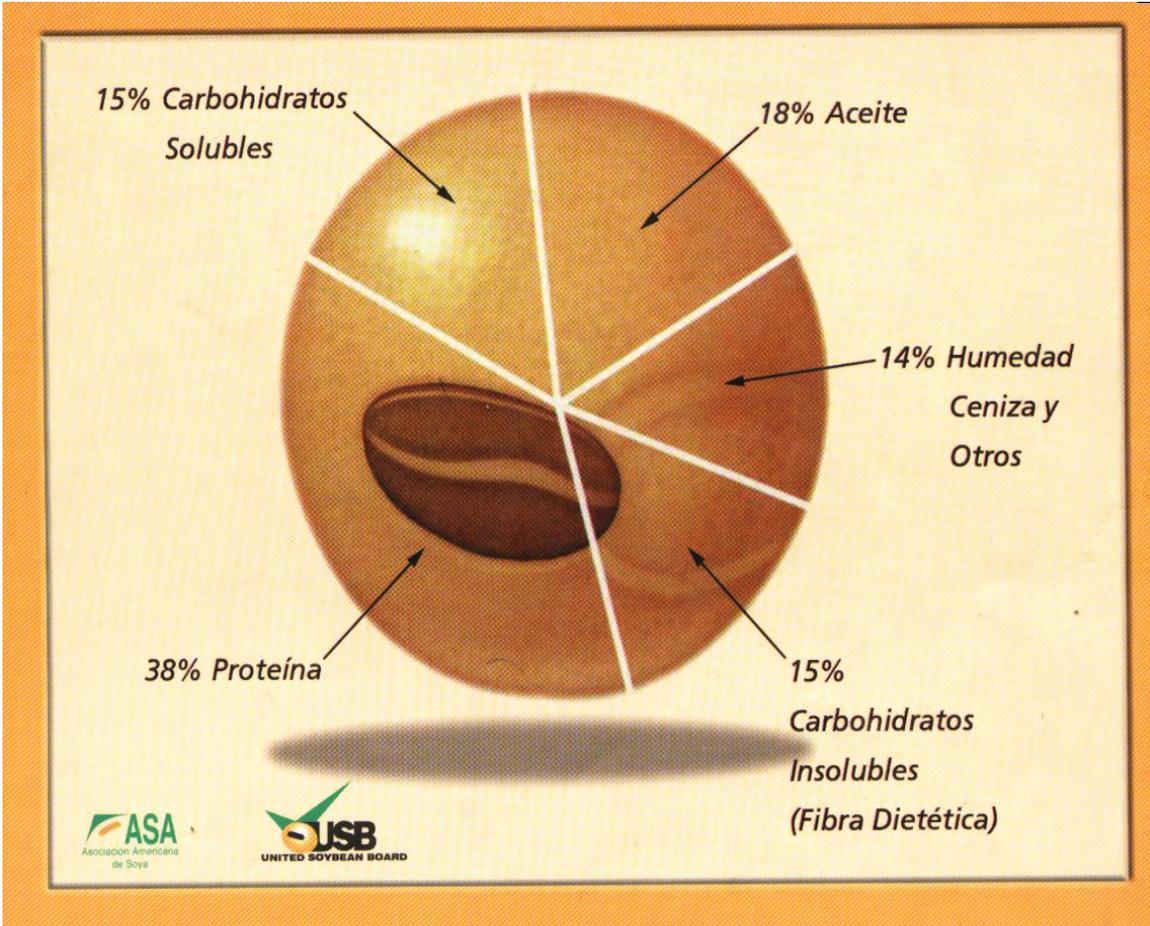


FIGURA Nº 7. FRÍJOL DE SOYA

ANEXO 21



FIGURA Nº 8. ACEITE DE SOYA REFINADO