

**EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE LOS TRIGLICERIDOS POP, POS  
Y SOS EN LA CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA Y SEPARACIÓN DE  
UNA MEZCLA GRASA PARA LA OBTENCIÓN DE CBE**

**SERGIO FERNANDO LEON OLARTE  
JINETH CONSTANZA POSSO FERIA**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ, D.C.  
2018**

**EVALUACIÓN DEL COMPORTAMIENTO DE LOS TRIGLICERIDOS POP, POS  
Y SOS EN LA CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA Y SEPARACIÓN DE UNA  
MEZCLA GRASA PARA LA OBTENCIÓN DE CBE**

**SERGIO FERNANDO LEON OLARTE  
JINETH CONSTANZA POSSO FERIA**

**Proyecto integral de grado para optar el título de  
INGENIERO QUÍMICO**

**Orientador  
Edgar Fernando Moreno Torres  
Ingeniero Químico**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA  
FACULTAD DE INGENIERÍAS  
PROGRAMA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BOGOTÁ, D.C.  
2018**

Nota de aceptación:

---

---

---

---

---

---

Ingeniero Edgar Fernando Moreno  
Presidente del jurado

---

Ingeniero Iván Ramírez  
Firma del jurado

---

Ingeniero Edubiel Salcedo  
Firma del jurado

Bogotá, D.C., Marzo de 2018

## **DIRECTIVAS DE LA UNIVERSIDAD**

Presidente de la Universidad y Rector del Claustro

**Dr. JAIME POSADA DÍAZ**

Vicerrector de Desarrollo y Recursos Humanos

**Dr. LUIS JAIME POSADA GARCÍA-PEÑA**

Vicerrectora Académica y de Posgrados

**Dra. ANA JOSEFA HERRERA VARGAS**

Secretario General

**Dr. JUAN CARLOS POSADA GARCÍA-PEÑA**

Decano Facultad de Ingenierías

**Ing. JULIO CESAR FUENTES ARISMENDI**

Director Programa de Ingeniería Química

**Ing. LEONARDO DE JESÚS HERRERA GUTIÉRREZ**

***Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente al autor.***

## **DEDICATORIA**

*Este logro va dedicado principalmente a Dios por haberme dado la oportunidad, bendición y constancia de nunca darme por vencido en esta profesión, por darme la fuerza de haber culminado este trabajo de investigación a pesar de tantos inconvenientes que se presentaron a lo largo del proyecto. También va dedicado a mis padres que me apoyaron y formaron para ser lo que soy hoy. A mi compañera de tesis que con su tolerancia, paciencia y esfuerzo logramos este gran logro. A mi familia y amigos, por el apoyo incondicional recibido a lo largo del desarrollo del proyecto.*

**Sergio Fernando León Olarte**

*A Dios, mis papás, mi hermana y a mi compañero Sergio León, por su incondicionalidad durante la realización de este trabajo de grado.*

**Jineth Constanza Posso Feria**

## **AGRADECIMIENTOS**

*A la empresa SIGRA S.A por darnos la oportunidad de haber realizado este trabajo de investigación, por su apoyo, disposición y confianza, por permitirnos trabajar y aumentar nuestras capacidades en el ámbito laboral. A nuestro director de tesis Andrés Ceballos por su comprensión, apoyo y tiempo dedicado al seguimiento del presente trabajo, a los ingenieros del departamento de Calidad, Andrés Betancourt, Paola Sánchez y Ricardo Pardo por su ayuda y colaboración. Al profesor Felipe Correa por brindarnos ayuda intelectual para realizar la etapa de separación de las fases.*

*De igual manera, le agradecemos a nuestro asesor, el Ingeniero Fernando Moreno por su interés, por su colaboración y guía durante el desarrollo de este proyecto. A todos, muchas gracias.*

## CONTENIDO

	pág.
<b>INTRODUCCIÓN</b>	<b>20</b>
<b>OBJETIVOS</b>	<b>21</b>
<b>1. GENERALIDADES</b>	<b>22</b>
1.1 SIGRA S.A	22
1.2 GRASAS Y ACEITES	22
1.3 MANTECA DE CACAO	23
1.3.1 Composición	23
1.3.2 Polimorfismo de la manteca de cacao	24
1.4 ALTERNATIVAS PARA LA MANTECA DE CACAO	26
1.5 MODIFICACIÓN DE LÍPIDOS (GRASAS ESPECIALES)	28
1.5.1 Hidrogenación	28
1.5.2 Interesterificación	28
1.6 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA	29
1.6.1 Fraccionamiento en seco	33
1.6.2 Fraccionamiento con solventes	34
1.6.3 Fraccionamiento con detergente	34
1.7 PRINCIPIOS DE LA CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA	35
1.7.1 Solubilidad	35
1.7.2 Supersaturación	35
1.7.3 Nucleación	36
1.7.4 Crecimiento de cristal	37
1.7.5 Separación	37
1.8 CONDICIONES O PARÁMETROS DE CRISTALIZACIÓN	37
1.8.1 Temperatura – super enfriamiento – tasa de enfriamiento	38
1.8.4 Ajuste fino	39
1.9 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS GRASAS	39
1.9.1 Contenido de grasa sólida o perfil de fusión	40
1.9.2 Punto de fusión	41
1.9.3 Índice de yodo (IV)	41



1.9.4 Perfil de triglicéridos	41
<b>2. SELECCIÓN DE VARIABLES SIGNIFICATIVAS</b>	<b>42</b>
2.1 EQUIPOS Y REACTIVOS	44
2.2 PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN	48
2.2.1 Contenido de grasa sólida	48
2.2.2 Perfil de triglicéridos	48
2.2.3 Punto de fusión	49
2.2.4 Índice de yodo (IV)	50
2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA GRASA	50
2.4 ENSAYOS PRELIMINARES	52
2.4.1 Fraccionamiento con solventes	54
2.4.2 Cristalización fraccionada en cámara de clima constante hpp110	57
2.4.3 Cristalización fraccionada con cristizador enchaquetado	65
<b>3. CONDICIONES DE OPERACIÓN</b>	<b>79</b>
3.1 RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN	83
<b>4. ANÁLISIS DE COSTOS</b>	<b>103</b>
4.1 COSTOS A NIVEL LABORATORIO	103
4.1.1 Costos de materia prima	104
4.1.2 Costos de equipos	105
4.1.3 Costos de energía	105
4.1.4 Costos de análisis	108
4.1.5 Costos de mano de obra	108
4.1.6 Costos totales	109
4.1.7 Costos a nivel industrial	110
<b>5. CONCLUSIONES</b>	<b>111</b>
<b>6. RECOMENDACIONES</b>	<b>112</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA</b>	<b>113</b>
<b>ANEXOS</b>	<b>117</b>

## LISTA DE CUADROS

	pág.
<b>Cuadro 1.</b> Formas cristalinas de la manteca de cacao	25
<b>Cuadro 2.</b> Alternativas de la Manteca de cacao	27
<b>Cuadro 3.</b> Características de diferentes tipos de TAG	31
<b>Cuadro 4.</b> Métodos analíticos más comúnmente usados en el fraccionamiento	39
<b>Cuadro 5.</b> Resumen de sets de los ensayos preliminares	43
<b>Cuadro 6.</b> Equipos utilizados en la experimentación	44
<b>Cuadro 7.</b> Listado de reactivos necesarios en los diferentes análisis de laboratorio	47
<b>Cuadro 8.</b> Descripción de los equipos utilizados en los diferentes análisis de laboratorio	47
<b>Cuadro 9.</b> Resumen de las condiciones y observaciones del fraccionamiento en seco de las cámaras climáticas de primeros tres ensayos	58
<b>Cuadro 10.</b> Resumen de las condiciones y observaciones del fraccionamiento en seco de las cámaras climáticas de los últimos 3 ensayos	59
<b>Cuadro 11.</b> Descripción de los ensayos en el cristizador enchaquetado	72
<b>Cuadro 12.</b> Temperaturas y avances de cristalización del diseño de experimentos	82
<b>Cuadro 13.</b> RPM del diseño de experimentos	83
<b>Cuadro 14.</b> Evaluación del comportamiento del POP, POS y SOS durante la cristalización fraccionada	99
<b>Cuadro 15.</b> Número de muestras para los análisis fisicoquímicos	108
<b>Cuadro 16.</b> Valor de mano de obra para todos los fraccionamientos	109

## LISTA DE ILUSTRACIONES

	pág.
<b>Ilustración 1.</b> Estructura química de una molécula de TAG	23
<b>Ilustración 2.</b> Formas polimórficas de los cristales de TAG	25
<b>Ilustración 3.</b> Niveles de estructura que presenta una grasa cristalizada.	32
<b>Ilustración 4.</b> Etapas de la grasa cristalizada	33
<b>Ilustración 5.</b> Esquema clásico del fraccionamiento en seco	34
<b>Ilustración 6.</b> Diagrama binario de fases de A y B.	36
<b>Ilustración 7.</b> Diagrama de saturación – supersaturación del aceite de soya parcialmente endurecido.	38
<b>Ilustración 8.</b> Procedimiento para realizar el punto de fusión	49
<b>Ilustración 9.</b> Procedimiento para realizar el índice de yodo	50
<b>Ilustración 10.</b> Proceso de separación con solventes de la mezcla grasa (Replica del proceso seguido en el artículo de referencia)	55
<b>Ilustración 11.</b> Fraccionamiento en seco en cámaras climáticas	60
<b>Ilustración 12.</b> Seguimiento fotográfico de los ensayos 5 y 6	60
<b>Ilustración 13.</b> Base de cálculo para el ensayo 4	62
<b>Ilustración 14.</b> Perfil de TAG's del ensayo 4	63
<b>Ilustración 15.</b> Perfil de TAG's del ensayo 5	63
<b>Ilustración 16.</b> Perfil de TAG's del ensayo 6	63
<b>Ilustración 17.</b> Montaje experimental	66
<b>Ilustración 18.</b> Diseño cristalizadores industriales según KELLENS (Tubular y concéntrico)	67
<b>Ilustración 19.</b> Bosquejo del cristizador enchaquetado con sus dimensiones	68
<b>Ilustración 20.</b> Bosquejo del agitador metálico con sus dimensiones	69
<b>Ilustración 21.</b> Sistema de separación	70
<b>Ilustración 22.</b> Bosquejo del sistema de separación con sus dimensiones	71
<b>Ilustración 23.</b> Perfil de TAG' s para el ensayo 5	77
<b>Ilustración 24.</b> Perfil de TAG's para el ensayo 6	77
<b>Ilustración 25.</b> Descripción a nivel molecular del procedimiento de cristalización fraccionada diseñado a nivel laboratorio	81
<b>Ilustración 26.</b> Perfil de TAG's del ensayo 1 S1	87
<b>Ilustración 27.</b> Perfil de TAG's del ensayo 2 S1	87
<b>Ilustración 28.</b> Perfil de TAG's del ensayo 3 S1	88
<b>Ilustración 29.</b> Perfil de TAG's del ensayo 4 S1	88
<b>Ilustración 30.</b> Perfil de TAG's del ensayo 5 S1	89
<b>Ilustración 31.</b> Perfil de TAG's del ensayo 6 S1	89
<b>Ilustración 32.</b> Perfil de TAG's del ensayo 1 S2	91
<b>Ilustración 33.</b> Perfil de TAG's del ensayo 2 S2	91
<b>Ilustración 34.</b> Perfil de TAG's del ensayo 3 S2	92
<b>Ilustración 35.</b> Perfil de TAG's del ensayo 4 S2	92
<b>Ilustración 36.</b> Perfil de TAG's del ensayo 5 S2	93
<b>Ilustración 37.</b> Perfil de TAG's del ensayo 6 S2	93

<b>Ilustración 38.</b> Perfil de TAG's del ensayo 7 S2	94
<b>Ilustración 39.</b> Perfil de TAG's del ensayo 8 S2	94
<b>Ilustración 40.</b> Proceso de fraccionamiento en seco para la obtención de un CBE a escala laboratorio	103

## LISTA DE TABLAS

	pág.
<b>Tabla 1.</b> Perfil de TAG's de la manteca de cacao de la Casa luker realizado en SIGRA S.A.	24
<b>Tabla 2.</b> Composición de la mezcla grasa	51
<b>Tabla 3.</b> Composición de los "otros" TAG en la mezcla grasa	51
<b>Tabla 4.</b> Propiedades físicas y químicas de la mezcla grasa	51
<b>Tabla 5.</b> Perfil de fusión de la mezcla grasa	52
<b>Tabla 6.</b> Distribución de glicéridos en las fracciones obtenidas a partir de oleína de palma interesterificada a través de fraccionamiento con solventes	55
<b>Tabla 7.</b> Composición de las fracciones de la mezcla grasa obtenidas por el fraccionamiento con solventes	56
<b>Tabla 8.</b> Reporte de resultados para los ensayos 4, 5 y 6	61
<b>Tabla 9.</b> Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía para los ensayos 4,5 y 6	63
<b>Tabla 10.</b> Tiempo total y temperatura final de los ensayos preliminares en el cristizador enchaquetado	76
<b>Tabla 11.</b> Propiedades físicas y químicas de las fracciones para los ensayos 5 y 6	76
<b>Tabla 12.</b> Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos 5 y 6	77
<b>Tabla 13.</b> Propiedades físicas y químicas de las fracciones para los ensayos del primer y segundo set	86
<b>Tabla 14.</b> Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos S1	87
<b>Tabla 15.</b> Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos S2	91
<b>Tabla 16.</b> Gráficas de la interacción entre la temperatura, agitación vs avance de cristalización	101
<b>Tabla 17.</b> Costo de materia prima por cantidad de gramos	104
<b>Tabla 18.</b> Costo y cantidad de los equipos comprados	105
<b>Tabla 19.</b> Cantidad de watts que provee cada equipo	105
<b>Tabla 20.</b> Cálculo de kWh para los ensayos preliminares	106
<b>Tabla 21.</b> Cálculo de kWh para el primer set del diseño de experimentos	106
<b>Tabla 22.</b> Cálculo de kWh para el segundo set del diseño de experimentos	107
<b>Tabla 23.</b> Consumo energético en COP	107
<b>Tabla 24.</b> Costos de análisis fisicoquímicos	108
<b>Tabla 25.</b> Valor de mano de obra para los análisis fisicoquímicos	109
<b>Tabla 26.</b> Costo total realizado en el laboratorio	109
<b>Tabla 27.</b> Costeo básico a nivel industrial	110

## LISTA DE GRAFICAS

	pág.
<b>Gráfica 1.</b> Curva de sólidos para la mezcla grasa	52
<b>Gráfica 2.</b> Curva de sólidos de la mezcla grasa, fraccionamientos con solvente y manteca de cacao de referencia	57
<b>Gráfica 3.</b> Rampas de temperatura para los ensayos 4, 5 y 6.	65
<b>Gráfica 4.</b> Rampa del ensayo 1	74
<b>Gráfica 5.</b> Rampa del ensayo 2	74
<b>Gráfica 6.</b> Rampa del ensayo 3	74
<b>Gráfica 7.</b> Rampa del ensayo 4	74
<b>Gráfica 8.</b> Rampa del ensayo 5	75
<b>Gráfica 9.</b> Rampa el ensayo 6	75
<b>Gráfica 10.</b> Curva de sólidos del ensayo 5	77
<b>Gráfica 11.</b> Curva de sólidos del ensayo 6	77
<b>Gráfica 12.</b> Rampa de temperatura fija	80
<b>Gráfica 13.</b> Curva de sólidos del ensayo 1 S1	87
<b>Gráfica 14.</b> Curva de sólidos del ensayo 2 S1	87
<b>Gráfica 15.</b> Curva de sólidos del ensayo 3 S1	88
<b>Gráfica 16.</b> Curva de sólidos del ensayo 4 S1	88
<b>Gráfica 17.</b> Curva de sólidos del ensayo 5 S1	89
<b>Gráfica 18.</b> Curva de sólidos del ensayo 6 S1	89
<b>Gráfica 19.</b> Curva de sólidos de la réplica 1 S1	90
<b>Gráfica 20.</b> Curva de sólidos de la réplica 2 S1	90
<b>Gráfica 21.</b> Curva de sólidos del ensayo 1 S2	91
<b>Gráfica 22.</b> Curva de sólidos del ensayo 2 S2	91
<b>Gráfica 23.</b> Curva de solidos del ensayo 3 S2	92
<b>Gráfica 24.</b> Curva de solidos del ensayo 4 S2	92
<b>Gráfica 25.</b> Curva de sólidos del ensayo 5 S2	93
<b>Gráfica 26.</b> Curva de sólidos del ensayo 6 S2	93
<b>Gráfica 27.</b> Curva se solidos del ensayo 7 S2	94
<b>Gráfica 28.</b> Curva de solidos del ensayo 8 S2	94
<b>Gráfica 29.</b> Curva de solidos de la réplica 1 S2	95
<b>Gráfica 30.</b> Comportamiento de TAG's frente a cambios de temperatura y avance de cristalización máximo	101
<b>Gráfica 31.</b> Comportamiento de TAG's frente a cambios de temperatura y avance de cristalización mínimo	101
<b>Gráfica 32.</b> Comportamiento de TAG's frente a cambios de Agitación y avance de cristalización máximo	101
<b>Gráfica 33.</b> Comportamiento de TAG's frente a cambios de Agitación y avance de cristalización mínimo	101

## LISTA DE ECUACIONES

	pág.
<b>Ecuación 1.</b> Ecuación lineal	96
<b>Ecuación 2.</b> Ecuación lineal	97

## LISTA DE ANEXOS

	<b>pág.</b>
<b>Anexo A.</b> Evidencia de los ensayos 1 y 2 del tercer set experimental	118
<b>Anexo B.</b> Software memmert atmocontrol	119
<b>Anexo C.</b> Evidencia de la cristalización fraccionada del ensayo 1 del segundo set	120
<b>Anexo D.</b> Base de cálculo de los ensayos que tuvieron separación en los ensayos preliminares	121
<b>Anexo E.</b> Base de cálculo del diseño de experimentos para cada ensayo del primer set	125
<b>Anexo F.</b> Base de cálculo del diseño de experimentos para cada ensayo del segundo set	131



## LISTA DE ABREVIATURAS

CB: Manteca de cacao

CBE: Equivalente de manteca de cacao

CBR: Reemplazante de manteca de cacao

CBS: Sustituto de la manteca de cacao

DSC: Calorimetría diferencial de barrido

MC: Manteca de cacao

POO: Sn – 1 palmitoil – 2, 3 dioleoil glicerol

POP: Sn-1- palmitoil- 2 – oleoil-3-linoleoil glicerol

POS: Sn- 1-palmitoil-2-oleoil-3-estearoil glicerol

SFC: Contenido de grasa solida

SOO: Sn – 1- estearoil - 2, 3 – oleoil glicerol

SOS: sn-1-estearoil-2-oleoil-3-estearoil glicerol

TAG: Triacilglicérol

COP: Pesos Colombianos

IV: Índice de yodo

## GLOSARIO

**ATEMPERADO:** este proceso consiste en llevar a unas temperaturas determinadas para controlar la cristalización de la manteca de cacao que contiene el chocolate y así garantizar una forma cristalina estable.

**SOLVENTE:** sustancia mayoritaria en una solución que disuelve a uno o varios solutos formando una mezcla homogénea, en la que los compuestos preservan sus propiedades químicas, pero no las físicas.

**SOLVENTE INERTE:** sustancia que disuelve uno o varios solutos sin modificar su estructura molecular.

**POLIMORFISMO:** la capacidad que presentan algunos compuestos de cristalizar en formas cristalinas diferentes (también llamados polimorfos). Las principales formas polimórficas de las grasas son  $\alpha, \beta'$  y  $\beta$ , en orden creciente de estabilidad.

**CBE:** es un tipo de grasa que tiene una composición química muy similar a la manteca de cacao. Pueden ser mezcladas con la MC en todas las proporciones sin alterar las propiedades de los productos por tener los mismos ácidos grasos y los TAG's simétricos monoinsaturados.

**CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA:** método termo mecánico de separación en el que los triglicéridos de aceites y grasas de alto y bajo puntos de fusión son separados por cristalización parcial, seguida de una filtración.

**CRISTALIZACIÓN:** proceso exotérmico que se compone en general de tres etapas distintas como el súper enfriamiento de la mezcla, formación de los núcleos o nucleación y crecimiento de los cristales.

## RESUMEN

El presente proyecto tiene como finalidad evaluar la separación de una mezcla grasa mediante cristalización fraccionada para la obtención de un equivalente de manteca de cacao que, a largo plazo, puede resultar beneficioso para la industria alimenticia por su similitud en la composición química con la manteca de cacao.

Mediante revisiones bibliográficas (artículos, tesis y patentes) y ensayos preliminares experimentales se seleccionan las variables significativas del proceso de cristalización fraccionada. Por lo anterior, fue necesario realizar tres sets experimentales con el fin de: establecer una referencia de separación de TAG's utilizando solventes, evaluar el comportamiento de la mezcla grasa frente a un enfriamiento gradual y controlado y diseñar un montaje que simule los equipos utilizados a nivel industrial en la planta de SIGRA S.A. De este modo, se confirma teóricamente y experimentalmente la importancia de la temperatura, tiempo y agitación en el fraccionamiento. Sin embargo, en el desarrollo del diseño experimental se necesitaban variables de proceso que garantizaran la obtención de dos fases, por esto se propone una nueva variable llamada avance de cristalización la cual es una medida indirecta del tiempo y describe el momento en el cual se debe separar. Seguidamente, se diseñaron y evaluaron rampas de temperatura con base a los ensayos preliminares, divididas en dos sets. El primero de ellos busca evaluar la interacción entre la temperatura y el avance de cristalización, variando las temperaturas finales de la rampa y separando en dos momentos diferentes cada una de ellas. El segundo set busca evaluar la interacción entre la agitación y el avance de cristalización, variando las revoluciones por minuto a las que gira el agitador durante todo el procedimiento y separando también en dos momentos diferentes.

Posteriormente, se realizó el análisis de resultados. Allí se analizaron diferentes variables respuesta como lo son la temperatura final de medición y la agitación. También se analizó las propiedades físicas y químicas de cada fracción (sólida y líquida) donde se pretendió obtener una fracción sólida con un mayor punto de fusión y menor índice de yodo que la mezcla grasa inicial. Se dice esto porque la fracción considerada CBE sería la sólida, dependiendo de su similitud y comportamiento fisicoquímico con el de la manteca de cacao.

Por último, se realizó un costeo básico de todo el proceso de cristalización fraccionada para determinar cuánto valió realizar este proyecto. También, mediante un diagrama de procesos se muestra el proceso de fraccionamiento a escala laboratorio.

**Palabras clave:** TAG's, CBE, cristalización fraccionada, avance de cristalización

## INTRODUCCIÓN

La empresa SIGRA S.A. es una compañía que produce y comercializa productos para la industria panificadora y de alimentos. Cuenta con un equipo profesional que investiga permanentemente cómo atender las necesidades de los negocios de la industria panificadora y de alimentos, proponiendo innovaciones continuas en productos, servicios y procesos que hagan de la compañía un ente más competitivo. Es por esto que, desde el departamento de investigación, desarrollo e innovación de producto, SIGRA S.A busca ser pionero en la manufactura del Equivalente de Manteca de Cacao. Con el desarrollo de este producto se tendría la oportunidad de incursionar en un mercado que busca alternativas para la manteca de Cacao, la cual es la materia prima principal de las industrias del chocolate y cuyo mercado es incierto en comparación con otras grasas por la incertidumbre en factores como su oferta, la variabilidad de la calidad y las utilidades que deja.

Para la obtención del CBE, SIGRA S.A., está explorando varias alternativas de manufactura las cuales requieren como etapa final un fraccionamiento que separe el compuesto de interés del complejo de triglicéridos y ácidos grasos libres formados. La realización de este proyecto ofrece la oportunidad de establecer un método de separación a nivel laboratorio que garantice la obtención del equivalente de manteca de cacao con propiedades como la composición de triglicéridos, índice de yodo, curva de sólidos y punto de fusión cercana al lípido de referencia que en este caso es la manteca de cacao.

Este proyecto será bibliográfico y experimental con el objetivo de demostrar mediante ensayos preliminares la importancia de las variables significativas encontradas en la teoría y así poder seleccionar las que mayor influyen en la cristalización fraccionada. De este modo y ante la necesidad de retirar estos TAG's no deseados, el presente estudio pretende evaluar el comportamiento de los triglicéridos POP, POS y SOS mediante cristalización fraccionada bajo unas condiciones de operación y una separación de la mezcla grasa para la obtención de un CBE.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Evaluar el comportamiento de los triglicéridos POP, POS y SOS, en la cristalización fraccionada y separación de una mezcla grasa para la obtención de CBE.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Seleccionar las variables significativas del proceso de cristalización fraccionada.
2. Determinar las condiciones de operación de la cristalización fraccionada para la obtención de CBE
3. Establecer un costeo básico del proceso de separación a nivel laboratorio

## 1. GENERALIDADES

En el siguiente capítulo se realiza una breve descripción de la empresa que apoya el trabajo de grado y se exponen las razones por las cuales apoyan este tipo de investigaciones. También se presentan los conceptos teóricos y fundamentales utilizados en el desarrollo del proyecto. Es importante exponerlos aquí porque se busca contextualizar al lector en el marco de la cristalización fraccionada para mezclas grasas, la cual involucra el estudio del comportamiento de triglicéridos que se relaciona con sus estructuras moleculares y su polimorfismo. Dichos conceptos serán desarrollados más adelante junto con otros temas que los explican.

### 1.1 SIGRA S.A

Ubicada en la localidad de Puente Aranda en la ciudad de Bogotá. La planta de producción de CI SIGRA S.A es una de las más modernas de Latinoamérica destinada al desarrollo y producción de productos grasos, como margarinas y aceites, para la industria panificadora y de alimentos.

La empresa cuenta con un equipo profesional altamente calificado que investiga permanentemente nuevas maneras de atender las necesidades de los negocios de la industria panificadora y de alimentos, proponiendo innovaciones continuas en productos, servicios y procesos que incrementen su nivel de competitividad.<sup>1</sup>

### 1.2 GRASAS Y ACEITES

Los aceites y las grasas se clasifican químicamente dentro del grupo de los lípidos. Son insolubles en agua y soluble en la mayoría de solventes orgánicos. Son menos densos que el agua y a temperatura ambiente varían de consistencia desde líquidos a sólidos. Cuando presentan un estado sólido, se les denomina grasas y cuando son aceites, líquidos. Son los principales lípidos que se encuentran en los alimentos contribuyendo a la textura y en general a las propiedades sensoriales del producto, sirviendo además de vehículo de las vitaminas liposolubles.<sup>2</sup>

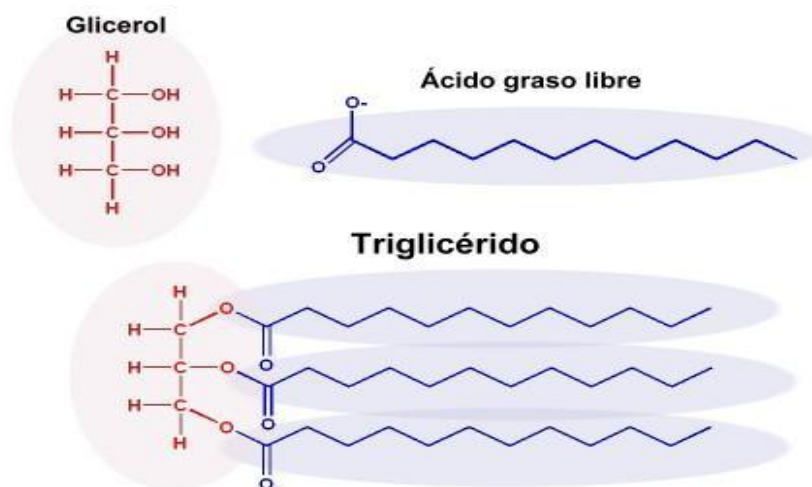
Las grasas y aceites de origen vegetal o animal son en su mayoría, triésteres de ácidos grasos unidos a un glicerol, llamados comúnmente triacilgliceroles (TAG's) (Ilustración 1) y en menor cantidad tienen compuestos como ácidos grasos libres (FFA), monoacilgliceroles, diacilgliceroles, fosfolípidos y materia insaponificable como esteroides, tocoferoles, ésteres grasos, carbohidratos y vitaminas liposolubles. Los mono y diacilgliceridos son ésteres de uno o dos ácidos grasos y glicerol.

---

<sup>1</sup> CI SIGRA S.A, Obtención y utilización de la manteca de cacao [en línea]: [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en:< <http://www.sigra.com/new/nuestra-planta/>>

<sup>2</sup> JÁCOME, Luis Fernando. Evaluación de la enzima LYPOZYME TL IM en reacciones de transesterificación enzimática para la obtención de grasas especiales. Trabajo de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de química, 2004. p.20

## Ilustración 1. Estructura química de una molécula de TAG



Fuente: Medicina Preventiva Santa fe, Los Triglicéridos [en línea] 2014, 4 (marzo): [Fecha de consulta: 10 de septiembre de 2017]  
Disponibleen: <<http://www.medicinapreventiva.com.ve/laboratorio/trigliceridos.htm> >

### 1.3 MANTECA DE CACAO

La manteca de cacao es una grasa polimórfica, extraída de la semilla del *Theobroma cacao* utilizada principalmente en la elaboración del chocolate (constituye aproximadamente la tercera parte en el contenido del producto terminado) para conferirle las características sensoriales y físicas, propias de este producto.<sup>3</sup>

La manteca de cacao tiene varias propiedades que la distinguen como la más comercial de las grasas entre las cuales una de las más relevantes es su inigualable punto de fusión. Su color es blanco amarillento, con un olor notable a cacao y un punto de fusión ligeramente más bajo que la temperatura del cuerpo humano.

**1.3.1 Composición.** Como otras grasas comestibles, la manteca de cacao es una mezcla de triglicéridos. Cada triglicérido, a su vez, está formado por una molécula de glicerol con tres agrupaciones de ácidos grasos.

Está compuesta por 98 % de triglicéridos, 1 % de ácidos grasos libres, 0,3-0,5 % de diglicéridos y 0,1 % de monoglicéridos. También contiene alrededor de 0,2 % de esteroides y 150 a 350 ppm de tocoferoles. Los ácidos grasos dominantes en la composición de la manteca de cacao son el palmítico (C16, P) 24,4 – 26,7%; el

<sup>3</sup>CODINI, Melina. DÍAZ VÉLEZ, Florencia. GHIRARDI, Marina. VILLAVICENCIO, Inés. Obtención y utilización de la manteca de cacao. En Revista: Invenio. (Junio. 2004); p.143.

esteárico (C18; St) 34,4 – 35,4%, el oleico (18:1; O) 37,7 – 38,1% y el linoleico (C18:2, L) en baja proporción 2,1%.

La mayor parte de los triglicéridos (77%) están compuestos por ácido oleico (cis) en la posición media del glicerol, con los dos ácidos saturados en las dos posiciones restantes formando alternativamente tres triglicéridos simétricos POP, POSt, StOSt. Sólo el 2% de los triglicéridos están completamente saturados. No hay triglicéridos completamente insaturados.<sup>4</sup>

**Tabla 1.** Perfil de TAG's de la manteca de cacao de la Casa luker realizado en SIGRA S.A.

<b>Triglicéridos</b>	<b>Porcentaje</b>
<b>Trisaturados</b>	3.68
<b>Diinsaturados</b>	
SOO	1,73
POO	1.86
<b>Monoinsaturados</b>	
SOS	23.83
POS	39.06
POP	23.01

**1.3.2 Polimorfismo de la manteca de cacao.** Los TAG's tienen múltiples puntos de fusión, lo que se atribuye a un fenómeno conocido como polimorfismo, que consiste en la existencia de diferentes estructuras cristalinas para una misma sustancia. El polimorfismo se observa en el estado sólido sin que exista fusión del lípido.

Existen hasta 6 formas polimórficas de las grasas, pero las principales transformaciones polimórficas son alfa ( $\alpha$ ), beta prima ( $\beta'$ ) y beta ( $\beta$ ) en orden creciente de estabilidad. "Las transformaciones polimórficas dependen de diversos factores, pero principalmente de la velocidad de enfriamiento y de la temperatura final".<sup>5</sup>

"La manteca de cacao tiene la capacidad de cristalizar en diferentes formas polimórficas según las condiciones de operación a las que sea sometida. Las maneras de cristalizar dependen de los tres triglicéridos predominantes en esta grasa (ver Tabla 1)"<sup>6</sup>, en donde la posición de la letra de cada ácido graso denota

<sup>4</sup> MARA, J., & BARRERA, D. Temas selectos en aceites y grasas. Blucher. 2009. p.144.

<sup>5</sup> JÁCOME, Op. cit, p. 25.

<sup>6</sup> SMITH, Kevin. Chocolate tempering. En: Articles and lectures. 2006 p. 12-26 [en línea] Junio 2006 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en



su posición en el glicerol. Para los tres casos, el ácido oleico ocupa la posición de la mitad. En el cuadro 1 se pueden observar algunas de las condiciones que originan estas formas polimórficas y sus puntos de fusión respectivos.

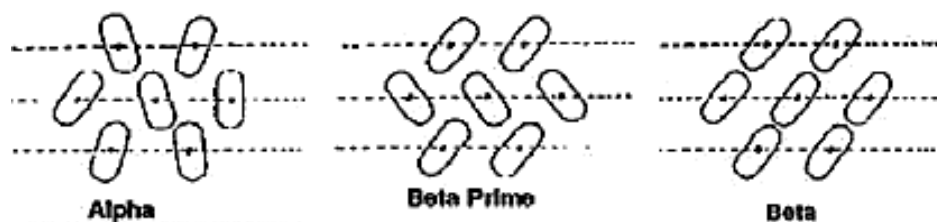
**Cuadro 1.** Formas cristalinas de la manteca de cacao

Forma polimórfica	Condiciones de origen	Punto de fusión
$\alpha$	Enfriamiento a 2°C/min seguido de almacenamiento durante 1 hora a 0°C	23.3
$\beta'$	Solidificación de la manteca entre 5 a 10°C.	25.5
$\beta$	Solidificación a temperatura Ambiente.	33.8

Fuente: Schlichter, J. Crystallization and polymorphism of fats and fatty acids. Editorial Dekker, New York, USA. 1988, p.363.

La forma Beta (ver Ilustración 2), tiene las propiedades deseadas para satisfacer la demanda de una amplia variedad de productos alimenticios debido a que es una de las más estables. El punto de fusión de la manteca de cacao de referencia suministrado por la Casa Luker y realizado en el laboratorio de SIGRA S.A es de 30°C.

**Ilustración 2.** Formas polimórficas de los cristales de TAG



Fuente: JÁCOME, Luis Fernando. Evaluación de la enzima LYPOZYME TL IM en reacciones de transesterificación enzimática para la obtención de grasas especiales, Op. Cit. p. 25.

Por otro lado, las propiedades físicas de las grasas se deben en gran parte a su cristalización, es decir, la estructura de la red cristalina que presenta. El estudio de esta estructura y sus propiedades se ha enfocado principalmente en la composición lipídica, en el polimorfismo y la proporción sólido/líquido que se presenta a diferentes temperaturas.

<[http://northamerica.ioiloders.com/images/papers/Loders\\_Croklaan\\_Articles\\_and\\_lectures\\_booklet\\_2007\\_tcm40-5890.pdf](http://northamerica.ioiloders.com/images/papers/Loders_Croklaan_Articles_and_lectures_booklet_2007_tcm40-5890.pdf)>

## 1.4 ALTERNATIVAS PARA LA MANTECA DE CACAO

“La compañía de grasas y aceites SIGRA, especializada en ser proveedora de panaderías y de industrias de alimentos tiene la innovación y las exportaciones en el centro de su plan de crecimiento”<sup>7</sup> Es por esto que le apuesta a la investigación sobre alternativas para la manteca de cacao que no sean lauricas y que puedan ser mezclados con ella sin alterar significativamente sus propiedades reológicas y de fusión (CBE). “Los objetivos que se persiguen al usar CBE en la industria, principalmente del chocolate, son principalmente técnicos porque se busca mejorar la resistencia térmica del chocolate, aumentar o disminuir su dureza según el producto que se va a elaborar, aumentar la vida media del producto final y disminuir el ablandamiento excesivo del chocolate con leche”<sup>8</sup>

Las alternativas encontradas que sustituyen, reemplazan o son iguales en composición a la manteca de cacao, son nombrados de la siguiente forma:<sup>9</sup>

- **Manteca de cacao sustituta, por sus siglas en inglés (CBS's):** son un tipo de grasa incompatible con la manteca de cacao debido a su composición en TAG's, pero tienen propiedades físicas semejantes a ella.
- **Manteca de cacao reemplazante, por sus siglas en inglés (CBR's):** son grasas que pueden ser mezcladas con la manteca de cacao solo a un limitado grado sin alterar significativamente las propiedades de fusión.
- **Equivalente de manteca de cacao, por sus siglas en inglés (CBE's):** son un tipo de grasa que, si puede ser mezclada con la manteca de cacao en todas las proporciones, debido a que son ciento por ciento compatibles, al tener los mismos ácidos grasos y los TAG's mono insaturados como la manteca de cacao.

A continuación, en el cuadro 2, se muestran las características de las grasas alternativas de la manteca de cacao.

---

<sup>7</sup> PORTAFOLIO. Productos y mercados, la apuesta de Sigra. [en línea] Mayo 23 de 2017 [Fecha de consulta: 20 de Febrero 2017 ] Disponible en:<  
<http://www.portafolio.co/negocios/empresas/productos-y-mercados-la-apuesta-de-sigra-506170>>

<sup>8</sup> CORTES, Carol Andrea y ROJAS Mónica Viviana. Evaluación de la obtención del equivalente de manteca de cacao mediante la reacción enzimática entre oleína de palma y ácido esteárico. Proyecto integral de grado para optar el título de INGENIERO QUÍMICO. Bogotá DC. Fundación Universidad de América. Facultad de Ingeniería. Ingeniería Química, 2016. 27 p.

<sup>9</sup> *Ibíd.*, p. 26.

**Cuadro 2.** Alternativas de la Manteca de cacao

	<b>CBE's</b>	<b>CBR's</b>	<b>CBS's</b>
<b>Origen</b>	Mantequilla de Illipe Aceite de palma Sal fat Mantequilla de Shea Mantequilla de kokum Grasa de Mango kernel	Aceite de palma Aceite de soya Aceite de colza Aceite de semilla de algodón	Aceite de palma Kernel  Aceite de coco
<b>Proceso de modificación</b>	Hidrogenación Fraccionamiento	Hidrogenación Fraccionamiento	Hidrogenación Fraccionamiento Interesterificación
<b>Composición en TAG's</b>	Similar a la manteca de cacao	Diferente a la manteca de cacao	Diferente a la manteca de cacao
<b>Compatibilidad con la manteca de cacao</b>	Compatible	Compatible en pequeñas cantidades	Incompatible
<b>Cristalización</b>	Atemperado para obtener la forma polimórfica más estable	Cristalización directa desde la mezcla en la forma polimórfica más estable	Cristalización directa desde la mezcla en la forma polimórfica más estable

Fuente: STEWART.I.M, *et al.* Fats for chocolate and sugar confectionery. Citado por. DEPOORTERE. Liesbeth. The use and applicability of cocoa butter equivalents (CBEs) in chocolate products. Trabajo de grado en Bioingeniería. Universidad de Gent. 2011. p.7

## 1.5 MODIFICACIÓN DE LÍPIDOS (GRASAS ESPECIALES)

“La mayoría de las grasas y aceites naturales tienen una aplicación limitada en sus formas originales, y es por esto que se buscan formas de modificarlas con el fin de extender su uso a la industria alimenticia.”<sup>10</sup>

Los métodos utilizados para la modificación de grasas y aceites especiales son: cristalización fraccionada con o sin solvente, hidrogenación total o parcial y la interesterificación enzimática o química.

**1.5.1 Hidrogenación.** La hidrogenación consiste en hacer reaccionar parcial o totalmente los enlaces dobles, presentes en los ácidos grasos, con hidrógeno para obtener la estabilidad oxidativa y una consistencia o estado físico semisólidos o plásticas deseadas en productos alimenticios.<sup>11</sup>

Es un proceso importante de catálisis heterogénea gas/sólido/líquido en el cual el grado de insaturación del lípido disminuye. El catalizador puede ser a base de Níquel, de Cobre, de Platino de Paladio u otros metales que garanticen la adsorción de los reactantes sobre su superficie.<sup>12</sup>

**1.5.2 Interesterificación.** La principal aplicación comercial para a interesterificación en Estados Unidos es la producción de grasas especiales para margarinas, grasas de confitería, aceites y grasas de calorías reducidas y formulaciones infantiles.<sup>13</sup> En la interesterificación ocurre un re acomodamiento de los ácidos grasos en las moléculas de TAG's alterando las propiedades físicas iniciales del lípido. Existen tres maneras de intercambiar los grupos acilos en lípidos.

- Acidólisis: Intercambio entre un éster y un ácido
- Alcoholisis: Intercambio entre un éster y un alcohol
- Transesterificación: Entre un éster con otro éster

Esta última reacción es la de mayor importancia en la interesterificación de las grasas porque implica el intercambio de esteres en una misma molécula de TAG's (intraesterificación) y el intercambio entre distintas moléculas (interesterificación).<sup>14</sup>

---

<sup>10</sup> KELLENS, Marc. *Et al.* Palm oil fractionation. En: De Smet Technologies and Services. 2007. Vol 109. p. 336-349

<sup>11</sup> MARA & BARRERA, Op cit, p. 270

<sup>12</sup> AJZENBERG, Nancy. Información tecnológica. Introducción a la hidrogenación de aceite y su implementación en un proceso supercrítico: caso del aceite de girasol. En: Grasas y aceites. 2002. Vol 53.p. 229-238

<sup>13</sup> MARA & BARRERA, Op cit, p. 279.

<sup>14</sup> JÁCOME, Op. cit, p. 43

El proceso de interesterificación puede ser catalizado mediante un agente químico o mediante la utilización de un biocatalizador.<sup>15</sup>

- **Interesterificación química:** este proceso involucra 4 etapas importantes: pre tratamiento del aceite, adición del catalizador, reacción e inactivación del catalizador. La interesterificación se realiza a temperaturas de 200 °C por periodos largos de tiempo o usando catalizadores que disminuyen la temperatura hasta 50 °C. El catalizador puede ser un ácido, una base, o sus sales y metales correspondientes del cual se requiere aproximadamente 0.1% de catalizador. Los catalizadores comúnmente utilizados son metilato o etilato de sodio, ligas de sodio-potasio e hidróxido de sodio o potasio.
- **Interesterificación enzimática:** se emplean enzimas como catalizadores siendo las más utilizadas las lipasas 1,3-específicas principalmente en forma inmovilizada. Las ventajas de este proceso respecto a la interesterificación química, se basan en la selectividad y en el uso de condiciones suaves de reacción como temperaturas moderadas y pH cercano al neutro. Igualmente, de los tiempos cortos de proceso y la escasa formación de subproductos.<sup>16</sup>

## 1.6 CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

La cristalización fraccionada es una técnica de separación ampliamente utilizada en la industria de procesos cuyo principio parte de la diferencia de solubilidades de los componentes en una solución. Para lograr la separación se aplican operaciones como lixiviación, mezclado, cambios de temperatura y separación sólido-líquido<sup>17</sup>.

“En el pasado, el fraccionamiento era utilizado para mejorar la estabilidad al frío de aceites líquidos, removiendo algunas grasas sólidas y otras impurezas. Sin embargo, hoy se aplica principalmente para separar aceites y grasas en fracciones líquidas y sólidas con propiedades físicas específicas.”<sup>18</sup>

Para el caso de la modificación de grasas y aceites mediante cristalización fraccionada se buscan separar selectivamente triglicéridos, ya que estos definen las características del producto de interés.

Específicamente los tres objetivos de la cristalización fraccionada son los siguientes:<sup>19</sup>

- La remoción de los compuestos con altos puntos de fusión que evitan que una mezcla grasa se encuentre líquida a temperatura ambiente.

---

<sup>15</sup> MARA & BARRERA, Op cit, p 276

<sup>16</sup> JÁCOME, Op. cit, p. 44

<sup>17</sup> OYANADER, M.A; GUERRERO, C.J; y CISTERINAS, L.A Información tecnológica s.s.s sistema para separación de sales por cristalización fraccionada. En: Información tecnológica. Vol 8. No 5. 1997. 11-15 p.

<sup>18</sup> MARA & BARRERA, Op cit, p.270

<sup>19</sup> HAMM, W. Trends in edible oil fractionation.1995. p.121

- La obtención de fracciones ricas en TAG's insaturados que puedan ser utilizadas como aceites con propiedades especiales. Por ejemplo, cuando se fracciona el aceite de soya para obtener aceite de frituras).
- La obtención de fracciones con un rango de TAG's con puntos de fusión cercanos y composiciones parecidas, aplicables a la industria del chocolate y grasas de confitería.

El proceso de cristalización normalmente es antecedido por la completa fusión de la mezcla grasa para destruir todos los cristales presentes (Borrar la memoria del cristal) <sup>20</sup> y puede ser dividido en tres etapas: Super enfriamiento de la mezcla, nucleación y crecimiento de cristal. El tamaño y forma de los cristales dependen de las condiciones del enfriamiento y de la agitación<sup>21</sup>.

La fuerza necesaria para suplir la diferencia entre el potencial químico del sólido y la del líquido (Fuerza impulsora) se consigue por dos vías. La primera es sobre saturando la mezcla con las moléculas que se quieren cristalizar y la segunda es llevar el sistema a una temperatura menor de la temperatura de equilibrio sin dejar que se solidifique por completo la mezcla.<sup>22</sup>

La secuencia de nucleación y crecimiento puede tornarse errática, presentando cristales con tamaños diferentes, por eso es importante mantenerse alejado de las condiciones que propicien intersolubilidad y ubicar la mezcla en la zona metaestable que genere la fuerza impulsora de cristalización únicamente para los TAG's de interés. En consecuencia, sí el crecimiento de cristal está bien controlado, se formarán estructuras uniformes en tamaño y forma.

Para completar el fraccionamiento, es necesario separar los TAG's cristalizados de los que permanecen líquidos, ya que estos últimos además de permanecer en la matriz líquida también están atrapados en las redes cristalinas y adheridos a los cristales formados.<sup>23</sup> Esta última etapa de separación no cambiará las propiedades de las fases obtenidas, sino que las separa físicamente. A nivel industrial se emplean normalmente tres métodos de separación: La centrifugación, filtración al vacío y el prensado.

Por ejemplo, en la fabricación de CBE's es importante la cristalización fraccionada para que los compuestos sean considerados equivalentes de manteca de cacao

---

<sup>20</sup> KELLENS, Op. cit, p. 339

<sup>21</sup> TAYLOR.A.M. The crystallization and dry fractionation of Malaysian palm Oil Citado por. ZALIHA. O. *et al.* Crystallization properties of palm oil by dry fractionation. . En: Food chemistry. 2004. No 86. p. 245.

<sup>22</sup> De Clercq. Nathalie.Crystallisation of fats and oils [Diapositivas]. Universidad de Gent. 2013.p16-17 [en línea] 9 de Septiembre 2013 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en < [http://www2.hcmuaf.edu.vn/data/lhquang/file/KOI102013/Crystallization\\_general\\_Nathalie\\_\\_pdf.pdf](http://www2.hcmuaf.edu.vn/data/lhquang/file/KOI102013/Crystallization_general_Nathalie__pdf.pdf) >

<sup>23</sup> TIMMS, Ralph E. Fractional crystallisation- the fat modification process for the 21<sup>st</sup> century. 2005. p.52

porque estos tienen que carecer de los triglicéridos trisaturados del tipo ( $S_3$ ) porque generan una sensación de cerosidad a temperaturas entre 35 y 40°C. Tampoco se puede exceder el límite de triglicéridos del tipo triinsaturados ( $I_3$ ) y monosaturados-diinsaturados ( $SI_2$ ) porque se verá disminuido el contenido de grasa sólida a diferentes temperaturas, y la presencia de DAG's afectará la cristalización de la grasa especial.<sup>24</sup> Y generalmente en los procesos de síntesis de CBE's se obtienen complejos grasos con los triglicéridos de interés mezclados con otros los cuales necesitan ser separados. El cuadro 3 muestra las características de los tipos de TAG's nombradas anteriormente.

**Cuadro 3.** Características de diferentes tipos de TAG

Tipo de TAG	Estado físico	Aplicación
Trisaturado ( $S_3$ )	Sólido	Producción de ácidos grasos, coberturas duras
Disaturado-monoinsaturado ( $S_2I$ )	Sólido-semisólido	Confitería
Monosaturado-diinsaturado ( $SI_2$ )	Semisólido-líquido	Margarinas
Triinsaturado ( $I_3$ )	Líquido	Aceites líquidos de fritura, aceites para ensaladas

Fuente: MARA, J., & BARRERA, D. Temas selectos en aceites y grasas. Blucher. 2009.p.266

La particularidad que tiene la cristalización en mezclas grasas es que los triglicéridos cuyo estado se quiere cambiar de líquido a sólido, no están inmersos dentro de un solvente inerte, sino que están mezclados con otros triglicéridos. Lo que conlleva a una extrema similitud entre el solvente y el soluto, y se desvía de un comportamiento de solubilidad ideal.

El proceso de fraccionamiento, como comúnmente se le llama la cristalización fraccionada, consiste en las siguientes dos etapas<sup>25</sup>:

1. Cristalización en donde se producen cristales sólidos en la matriz líquida: En esta etapa los factores más importantes a nivel molecular son la nucleación, el crecimiento del cristal, el comportamiento en fase sólida (Polimorfismo e intersolubilidad); y a nivel físico el factor más importante es la remoción del exceso de calor. La ilustración 3 describe los niveles estructurales que presenta una grasa desde su tamaño molecular hasta su nivel macroscópico que representa la estructura que ya es capaz de determinar las propiedades

<sup>24</sup> SOON, W. Specialty fats versus cocoa butter. Petaling Jaya, Selangor (Malaysia) 1991, Citado por KELLENS, Marc. *Et al.* Palm oil fractionation. Op cit. p.345

<sup>25</sup> TIMMS, Ralph E. Fraccionamiento. En: FRANK D. GUNSTONE y FRED B. PADLEY. Lipid technologies and applications. MARCEL DEKKER, INC. New York. 1997. p. 199-222

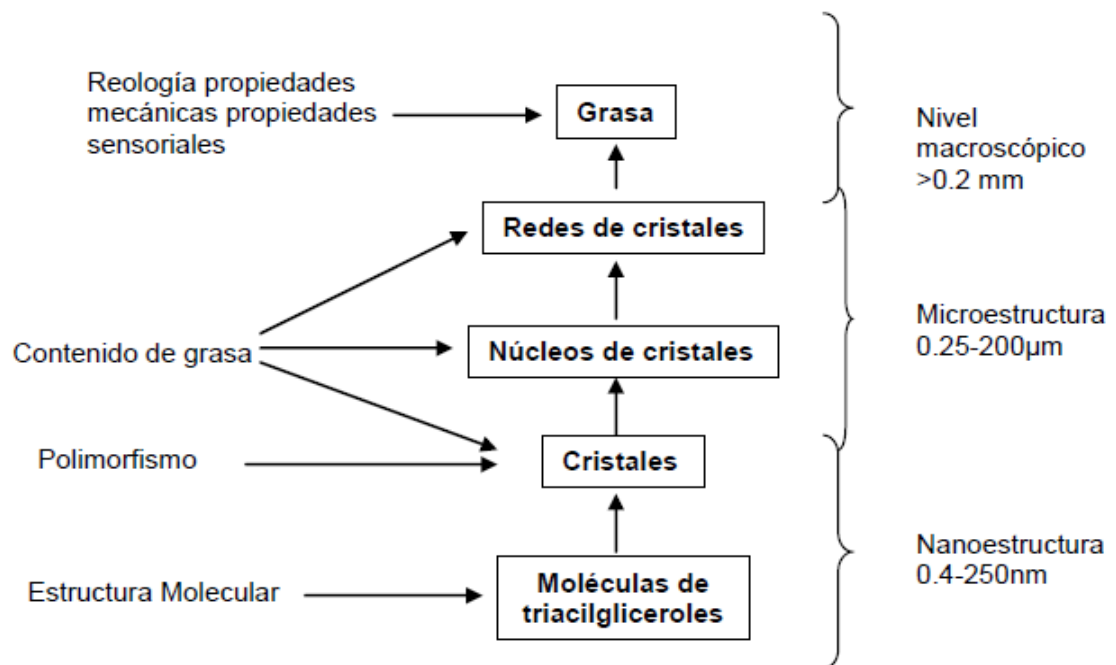
mecánicas y sensoriales de una grasa. La ilustración 4 muestra las diferencias de tamaño entre los niveles estructurales.

2. Separación de los cristales de la matriz líquida: Los parámetros que afectan esta operación son el tamaño de cristal, la presión y la viscosidad del aceite.

Es importante resaltar que la calidad de las fracciones depende del comportamiento de los TAG's que se desean separar y la calidad de la fracción líquida depende solo de la cristalización porque es donde se forman los cristales deseados, mientras que la calidad de la fracción sólida depende de ambas etapas porque es importante remover los triglicéridos líquidos atrapados en las redes cristalinas formadas.

En la actualidad existen tres procesos principales que son empleados comercialmente para producir aceites y grasas fraccionadas de alto valor agregado. Fraccionamiento con solvente, fraccionamiento con detergente y fraccionamiento en seco que no usa compuestos químicos adicionales.

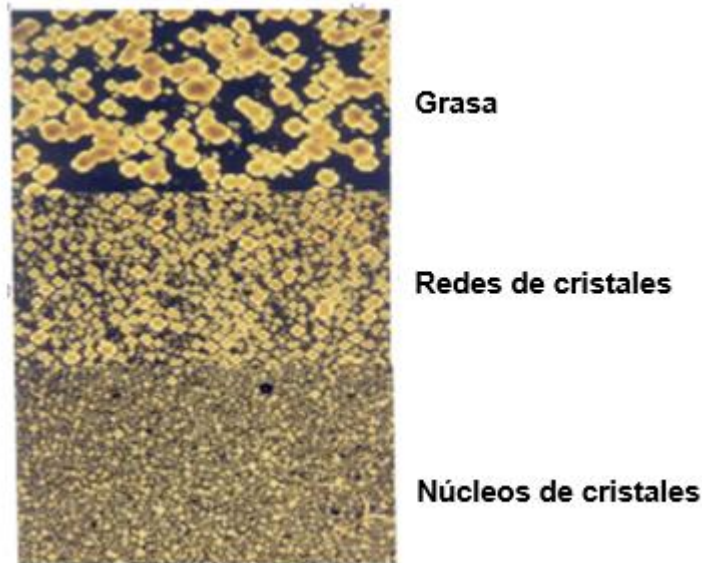
**Ilustración 3.** Niveles de estructura que presenta una grasa cristalizada.



Fuente: TANG, Dongming y MARANGONI, Alejandro.2006. Microstructure and Fractal Analysis of Fat Crystal Networks.JAOCS.83 (5):378



#### Ilustración 4. Etapas de la grasa cristalizada



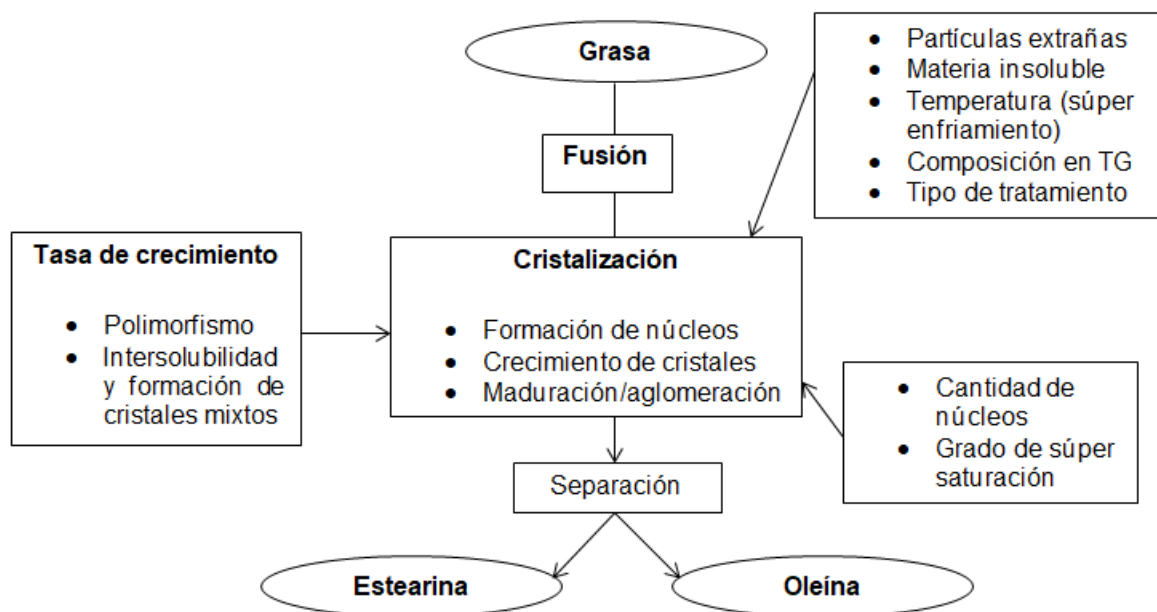
Fuente: Deffense, E. 2005. Fraccionamiento seco. Campinas, SP. Brazil.

**1.6.1 Fraccionamiento en seco.** El fraccionamiento en seco es el más simple, y de lejos la técnica de separación más económica y más practicada, pues no involucra un tratamiento suplementar posterior de los productos acabados. Este proceso está basado en el enfriamiento gradual del aceite, en condiciones controladas, sin en el auxilio de un solvente (ver Ilustración 5). La formación y el crecimiento de los cristales ocurren mientras el aceite es agitado y enfriado usando agua fría, que circula en las camisas o serpentinas de enfriamiento de los cristalizadores. Cuando el aceite alcanza la temperatura deseada, se suspende el enfriamiento. La separación de las fracciones de oleína líquida y estearina sólida puede ser realizada por filtración, centrifugación o prensado hidráulico.<sup>26</sup>

---

<sup>26</sup> M MARA & BARRERA, Op. cit. p. 271.

**Ilustración 5.** Esquema clásico del fraccionamiento en seco



Fuente: MARA, J., & BARRERA, D. En:Temas selectos en aceites y grasas. Blucher. 2009. p.47

**1.6.2 Fraccionamiento con solventes.** “En el fraccionamiento con solvente, la cristalización es realizada en soluciones diluidas, así reduciendo la viscosidad. Acetona, hexano y alcohol isopropílico son los solventes más ampliamente utilizados. El solvente es generalmente utilizado en una razón de 3-5:1 (solvente-aceite).”<sup>27</sup>

La propiedad de la que se vale esta técnica para efectuar la separación es la variación de la solubilidad de las dos fracciones a diferencia del fraccionamiento en seco, en el cual la propiedad que promueve la separación es el punto de fusión.

“Las principales ventajas del fraccionamiento con solvente son una alta eficiencia de separación y subsiguiente mejoría en el rendimiento y pureza de la fracción sólida. Las desventajas, sin embargo, incluyen alto costo de operación e inversión de capital asociados a este proceso, así como posibles riesgos de incendio.”<sup>28}</sup>

**1.6.3 Fraccionamiento con detergente.** FARR y O'BRIEN: “Usualmente se utiliza un surfactante (lauril sulfato de sodio), en combinación con un electrolito (sulfato de magnesio o aluminio) en el proceso de cristalización para permitir que los cristales se suspendan fácilmente en la fase acuosa. El agua con los cristales son separados

<sup>27</sup> *Ibíd.*, p. 271

<sup>28</sup> *Ibíd.*, p. 271

del aceite en una centrifuga, luego de la separación la oleína y la estearina son calentados, lavados y secados para remover los aditivos”.<sup>29</sup>

## 1.7 PRINCIPIOS DE LA CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA

Los parámetros que inciden sobre la cristalización a nivel molecular son la nucleación, el crecimiento y el comportamiento de fase de la grasa; mientras que a nivel físico son la remoción de calor generado en la formación de cristales y la agitación. Para el proceso de separación los parámetros que influyen son el tamaño de cristal, la viscosidad del aceite y la presión del sistema.<sup>30</sup> Para entender los anteriores parámetros es necesario hablar de los siguientes conceptos, los cuales se consideran como principios teóricos de la cristalización fraccionada.

**1.7.1 Solubilidad.** Al enfriar un aceite, el cual es una mezcla de triglicéridos, se genera una solución en donde el soluto será formado por los TAG's de mayor punto de fusión y el solvente por los de menor punto de fusión. Lo que indica que la temperatura definirá las propiedades de la parte sólida y de la parte líquida generada en un enfriamiento de una mezcla grasa.

Existen diagramas que ilustran la solubilidad entre triglicéridos, los cuales representan el comportamiento de las especies a diferentes temperaturas. Por ejemplo, en la Ilustración 6 se observa que A y B son completamente miscibles en las partes sólida y líquida, sin embargo, si se mantiene el sistema en  $T_1$  coexistirán dos fases, la composición de la líquida sería a y la de la sólida sería c.

**1.7.2 Supersaturación.** La súper saturación ocurre cuando la mezcla grasa se encuentra sobresaturada en los triglicéridos que se desean cristalizar y aun así no se forma ningún sólido.

Toda mezcla grasa tiene una solubilidad definida entre sus TAG's en donde se supone que a condiciones diferentes de temperatura se presentan concentraciones diferentes de saturación. Dicha solubilidad definida se establece como un límite entre una zona metaestable y otra estable.

En la primera se presentará cristalización ya sea espontanea, o aplicando agitación o semilla; mientras que en la zona estable nunca ocurrirá cristalización, porque al no estar saturada la mezcla grasa entra en un constante equilibrio. La cristalización espontanea o asistida de la mezcla grasa depende de las variables de proceso como tasa de enfriamiento y agitación, y los factores cinéticos son los que determinan la espontaneidad de la cristalización. Por ejemplo, para el aceite de soya parcialmente endurecido se tiene la siguiente curva de saturación (Ilustración 7) en

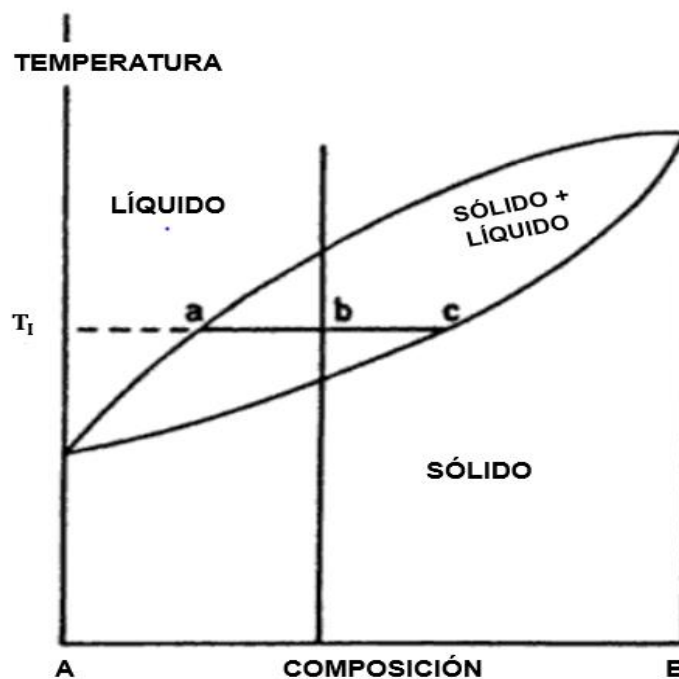
---

<sup>29</sup> FARR, W., O'BRIEN, R., & WAN, P. Introduction to fat and oils technology, Citado por Herrera, W & Montañez, U. Obtención y caracterización de ácido esteárico a partir de aceite de palma a escala laboratorio. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2006. p.10.

<sup>30</sup> TIMMS, Op. cit. p.50

donde se presenta el porcentaje de sólidos que existirá según la tasa de enfriamiento (Números continuos a las líneas punteadas). Este tipo de diagramas explican el comportamiento de las mezclas grasas y brindan información acerca de los rangos de temperatura en los cuales se generará cristalización y en cuales se presentará un equilibrio que no permitirá generar dos fases en el sistema (Zonas metaestable y estable, respectivamente).

**Ilustración 6.** Diagrama binario de fases de A y B.



Fuente: TIMMS, Ralph E. Fractionation. En: GUNSTONE. Frank, *et al.* Lipid technologies and Applications. Marcel Dekker, Ink. 1997. p.199-222

**1.7.3 Nucleación.** La formación de los cristales más pequeños que pueden existir en una matriz líquida son llamados núcleos de cristal y ocurre cuando se alcanza la energía suficiente para transformar de líquido a sólido un grupo específico de TAG's". Se habla de tres formas diferentes de nucleación: Homogénea que es cuando se forman cristales a partir de los mismos componentes de la mezcla grasa, pero casi no ocurre bajo situaciones reales de la industria; la nucleación heterogénea es la más usada a nivel comercial porque emplea factores ajenos a la mezcla, como partículas de polvo, que pueden ser llamados catalizadores de cristalización al reducir la energía libre necesaria para la formación del cristal; y por

último la nucleación secundaria que es la formación de nuevos núcleos sobre las superficies de los cristales ya formados.<sup>31</sup>

**1.7.4 Crecimiento de cristal.** Una vez formado el cristal se irán incorporando moléculas provenientes de la capa líquida adyacente la cual es alimentada de forma continua por efectos de difusión en los alrededores. De este modo, se considera el crecimiento de cristal como un proceso de adición capa por capa.

La sobresaturación es la fuerza impulsora de este fenómeno y las resistencias involucradas son la difusión del soluto hasta la superficie del cristal y la resistencia a la integración del soluto a la superficie del cristal.<sup>32</sup>

Durante este proceso se genera calor, sobre todo cuando no hay agitación, de este modo al aumentar la temperatura del sistema se pueden deshacer cristales porque la solución dejará de estar saturada.<sup>33</sup> La incorporación de nuevos TAG's a las redes cristalinas depende de la configuración y tamaño de la red. El crecimiento continúa si se mantiene un medio sometido a la fuerza motriz.

**1.7.5 Separación.** Es necesario retirar los triglicéridos sólidos de la matriz líquida compuesta por los triglicéridos que permanecen líquidos a la temperatura de cristalización. Y esta etapa de separación no cambiará la concentración de las fracciones siempre y cuando los cristales formados sean estables. La matriz líquida formada es relativamente fácil de retirar, pero siempre se formará una capa externa, la cual es proporcional al área superficial de los cristales. (Entre más pequeño el cristal más grande será el área superficial y más difícil será retirar el aceite atrapado). El objetivo de esta etapa es reducir la cantidad de líquido atrapado en la fracción sólida<sup>34</sup>.

## 1.8 CONDICIONES O PARÁMETROS DE CRISTALIZACIÓN

En el proceso de fraccionamiento primero, la grasa es completamente fundida para eliminar cualquier resto de cristales (memoria cristalina). La grasa fundida es enfriada con agitación y velocidad de enfriamiento controladas para generar núcleos a partir de los triglicéridos de alto punto de fusión. Estos núcleos crecen para formar cristales de tamaño deseado. Cuando la cristalización ha avanzado lo suficiente para permitir el crecimiento, la maduración y la aglomeración de los cristales se separa de la masa de los cristales: los cristales o fracción sólida son separados de la líquida.<sup>35</sup>

---

<sup>31</sup> KELLENS, Op. Cit, p.339

<sup>32</sup> HUERTA O. Sergio [Diapositivas]. Universidad Autonoma Metropolitana. Planta Piloto De Fermentaciones. [en línea] 2004 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en:< <http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/sho/Cristalizacion.pdf> >

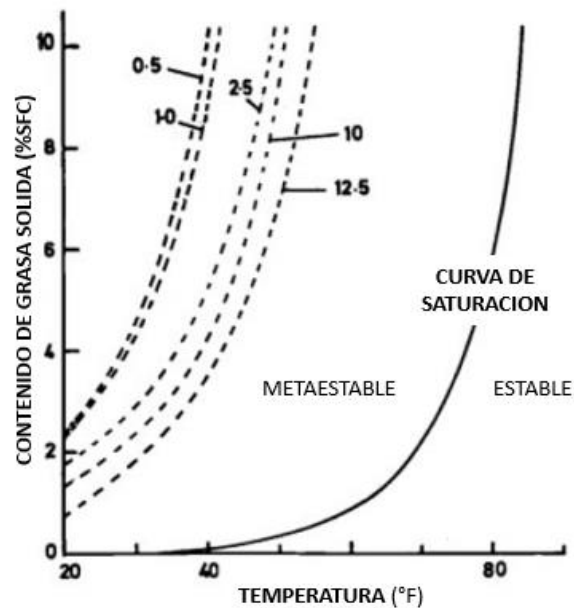
<sup>33</sup> TIMMS, Op. Cit, p. 48-57

<sup>34</sup> *Ibíd.*, p. 53

<sup>35</sup> MARA & BARRERA, Op. Cit, p.346

En la práctica este proceso es crítico, porque para la formación de núcleos se debe tener en cuenta la tasa de enfriamiento, el grado de súper enfriamiento, el tiempo de cristalización y la temperatura final.

**Ilustración 7.** Diagrama de saturación – supersaturación del aceite de soya parcialmente endurecido.



Fuente: TIMMS, Ralph E. Fractionation.  
Óp. Cit., p.201

**1.8.1 Temperatura – super enfriamiento – tasa de enfriamiento.** “Para iniciar la nucleación, la temperatura de la grasa fundida se reduce por debajo del punto de fusión: los núcleos aparecen en una solución súper saturada o masa fundida súper enfriada. La fuerza propulsora para la nucleación es el súper enfriamiento.”<sup>36</sup>

Un enfriamiento demasiado rápido, por ejemplo, resulta en la formación de cristales polimórficos inestables, con posible formación de núcleos cristalinos, los cuales conducen a una importante intersolubilidad y una mala selectividad de la cristalización. En cambio, si la grasa se enfría lentamente, se formarán cristales estables con baja intersolubilidad y así, obtener una buena separación.

**1.8.2 Agitación.** “La agitación aumenta la tasa de nucleación debido al impacto de la energía mecánica. Por ejemplo, una mayor velocidad de agitación de la etapa

<sup>36</sup> Ibíd., p. 353

inicial de la cristalización crea una enorme cantidad de núcleos y, como resultado, los cristales permanecen bastante pequeños. <sup>37</sup>

Con la agitación, se aumenta la transferencia de calor y masa, por lo cual acelera proceso de cristalización.

**1.8.3 Tiempo.** El tiempo como la temperatura es importante para la estabilidad de los cristales. La escala de tiempo está relacionada a la tasa de enfriamiento, por él cual se escoge un rango predeterminado de temperatura del agua de enfriamiento, con un control de temperatura de acuerdo con el tipo de grasa a fraccionar.

**1.8.4 Ajuste fino.** En el capítulo de Fraccionamiento del libro Temas selectos de aceites y grasas se menciona lo siguiente: “los parámetros y la tecnología son un punto del proceso, pero después de más de 25 años de experiencia en fraccionamiento en seco, debo admitir que el ajuste fino es también muy importante para garantizar un resultado exitoso”<sup>38</sup>. Lo que quiere decir que el fraccionamiento en seco es la unión entre condiciones operacionales establecidas por la técnica y la experticia.

## 1.9 CARACTERIZACIÓN DE MUESTRAS GRASAS

Se utilizan métodos analíticos y experimentales para determinar las características de las grasas, por lo general se adoptan métodos ya estandarizados los cuales son publicados por entidades como la AOCS (American Oil Chemists Society). Los métodos utilizados con mayor frecuencia en la caracterización de grasas fraccionada se muestran en el cuadro 4.

**Cuadro 4.** Métodos analíticos más comúnmente usados en el fraccionamiento

Técnica analítica	Numero método AOCS
<b>Propiedades físicas:</b>	
Contenido de grasa sólida (SFC)	Cd 16b-93
Índice de grasa sólida (SFI)	Cd 10-57
Punto de fusión-método tubo capilar	Cc 1-25
Punto de fusión “slip”	Cc 3-25
Punto de niebla	Cc 6-25
Punto de goteo	Cc 18-80
Prueba del frio	Cc 11-53

<sup>37</sup> Ibid., p. 354

<sup>38</sup> Ibid., p. 354

Cuadro 4. (Continuación)

Técnica analítica	Numero método AOCS
<b>Propiedades químicas:</b>	
Índice de peróxido	Cd 8-53
Índice de yodo (método wijs)	Cd 1-25
Composición de ácidos grasos (GC)	Ce 16-89
Color Iovibond	Cc 13e-92

Fuente: MARA, J., & BARRERA, D. En: Temas selectos en aceites y grasas. Blucher. 2009. P.270.

**1.9.1 Contenido de grasa sólida o perfil de fusión.** El perfil de fusión de un aceite o grasa comestible determina su aplicación específica y también es un factor de calidad fundamental tanto para compradores como proveedores.

Las moléculas que componen una grasa funden en un intervalo de temperatura, y no como las de una sustancia pura las cuales lo hacen en una sola temperatura, la fusión en las grasas se representa por una curva que relaciona el porcentaje de sólidos en función de la temperatura.

La técnica preferida para realizar este tipo de mediciones es la resonancia magnética nuclear (NMR) porque ofrece las siguientes ventajas.<sup>39</sup>

- Cuenta con una aceptación internacional por parte de la ISO (International Organization for Standardization), AOCS y la IUPAC (International Union of Pure and Applied Chemistry)
- Su tiempo de medición es de aproximadamente 6 segundos.
- No es un método destructivo, así que, se pueden efectuar diferentes mediciones en la misma muestra
- El equipo es estable a largo plazo, y no necesita de frecuentes recalibraciones.

Las grasas con alto contenido de TAG tipo XOY (Con ácido oleico en la mitad) como la manteca de cacao y los CBE's requieren regímenes de temperatura especiales para ser estabilizadas antes de la medición, y la cantidad y condiciones de los pasos predecesores a la medición son definidos por el método adoptado.

<sup>39</sup>OXFORD INSTRUMENTS. Determination of solid fat content in edible oils [en línea] 2004 [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en: <<https://www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/oxford-instruments-industrial-analysis/Solid%20Fat%20Content/13-Determination-of-Solid-Fat-Content-in-Edible-Oils-and-Fats.pdf?width=0&height=0&ext=.pdf>>



**1.9.2 Punto de fusión.** En este análisis se encuentra una temperatura representativa donde se presenta la fusión de la mayoría de la grasa, porque al ser complejas mezclas de TAG's los compuestos grasos no presentan el mismo comportamiento de una sustancia pura y cristalina. El principio del método adoptado en el presente trabajo de grado define el punto de fusión como la temperatura en la cual la muestra se vuelve lo suficientemente fluida para subir en un tubo de capilar abierto.

**1.9.3 Índice de yodo (IV).** Es una escala que se utiliza para medir el grado de insaturaciones (enlaces dobles y triples) que tiene un compuesto. En este análisis se cuantifica el yodo que reacciona con 100g de muestra grasa. El método consiste en someter la grasa disuelta en cloroformo ante la acción del reactivo de wijs, para luego de media hora titular con Tiosulfato de Sodio y así cuantificar las insaturaciones presentes en la muestra.

**1.9.4 Perfil de triglicéridos.** El perfil de TAG es un análisis cuantitativo que se le hace a las grasas para determinar los TAG presentes en ella por medio de cromatografía de gases de alta resolución. Se siguió el método de Buchgraber, M., & Anklam, E. denominado: Descripción del método de cuantificación de equivalentes de manteca de cacao en manteca de cacao y chocolate amargo.

## 2. SELECCIÓN DE VARIABLES SIGNIFICATIVAS

La evaluación del comportamiento de los triglicéridos que le confieren a la manteca de cacao ciertas propiedades (tales como brillo, textura y típico perfil de fusión) en la cristalización fraccionada, junto con la separación de una mezcla grasa líquida-semisólida, parte del planteamiento de la siguiente hipótesis: ¿se logra o no la cristalización del POP, POS y SOS dentro de una mezcla grasa con otros triglicéridos como el POO y SOO, para la obtención de una fracción sólida con la composición similar a la de la manteca de cacao (POP= 23.01, POS= 39.06, 23.83%)?. En este orden de ideas, el objetivo principal de esta investigación es seleccionar los parámetros de proceso que más inciden sobre la separación de los triglicéridos de interés.

En este capítulo se presenta el proceso de selección de las variables significativas para la investigación. Este proceso se puede entender como un método teórico-práctico, en donde la base teórica se estableció gracias a una revisión bibliográfica extraída de diversas bases de datos (como Espacenet, Google Patents y Science Direct), mientras que la base práctica se evidencia en que dicha revisión bibliográfica fue acompañada de tres sets experimentales considerados como “ensayos preliminares”. Dicho esto, las variables escogidas fueron: la agitación, la temperatura y el tiempo final de fraccionamiento.

El primer set de los ensayos preliminares es una réplica del fraccionamiento con hexano y acetona descrito por C.N Chong en su artículo llamado “Procedimientos de fraccionamiento para la obtención de equivalentes de manteca de cacao a partir de oleína de palma interesterificada”<sup>40</sup>. La réplica se realiza con la intención de establecer una referencia en la separación de los triglicéridos, a partir del uso de solventes.

Igualmente, el segundo set busca evaluar el comportamiento de la mezcla grasa frente a un enfriamiento gradual y controlado en un sistema donde se transfiere calor por conducción a un vaso de precipitado que no implementa la agitación.

Por último, y con el fin de diseñar un montaje que simule los equipos utilizados por la planta de SIGRA S.A. para el fraccionamiento de aceites vegetales a nivel industrial (que se usarían en caso de desarrollar el proyecto a gran escala), se fabrica un cristizador de vidrio rodeado con una chaqueta por la que circula agua; este cuenta con el diámetro suficiente para insertar un agitador metálico con dos aletas que giran precisamente alrededor del borde de las paredes del vidrio.

---

<sup>40</sup> 41. CHONG, C.; HOH, Y y Wang, C. Fractionation Procedures for Obtaining Cocoa Butter Like Fat from Enzymatically Interesterified Palm Olein. Malasia. En: JAOCS. Febrero de 1992. Vol, 69. No, 2.. p 137-140

Junto con el cristizador, se esboza otra unidad de operación destinada a la separación, la cual cuenta con una cámara cerrada herméticamente que recibe un empuje de la parte superior y, en la parte del fondo de esta cámara se encuentra instalado un filtro que permite el paso del líquido, mientras que retiene los cristales formados; de esta forma, es posible recolectar una torta sólida atrapada entre el filtro y el émbolo que genera el empuje. Por consiguiente, este último set se lleva a cabo en el montaje fabricado con tres propósitos: validar su funcionamiento, observar el patrón de comportamiento de la mezcla grasa durante el fraccionamiento en seco e implementar la agitación sobre este tipo de fraccionamiento, debido a que este es el proceso que implementa la planta de SIGRA S. A. a nivel industrial.

Para el posterior análisis de resultados es necesario caracterizar la mezcla que se va a separar así que se realizan pruebas de cromatografía, curva de sólidos, punto de fusión e índice de yodo y estos resultados serán plasmados en este capítulo. El perfil de triglicéridos solo se realiza una vez a la mezcla grasa y con base a este se analizarán todos los resultados que se obtengan después.

**Cuadro 5.** Resumen de sets de los ensayos preliminares

<b>Set</b>	<b>Proceso</b>	<b>Descripción</b>
1	Método de C.N Chong	Se realiza un fraccionamiento con solvente con el fin de establecer una referencia en la separación de TAG's siguiendo el método de C.N Chong
2	Cámara climática constante HP110	Se realizan 6 experimentos en la cámara climática constante HP110 donde busca evaluar el comportamiento de la mezcla grasa sometida a un enfriamiento gradual y controlado que no incluye agitación. Se evalúa temperatura y tiempo de cristalización.
3	Cristalizador enchaquetado	Se diseña y ejecuta el fraccionamiento en seco de la mezcla grasa simulando los equipos utilizados a nivel industrial en la planta de SIGRA S.A. El fraccionador cuenta con una chaqueta de enfriamiento y un agitador donde se prueba su funcionamiento mediante 6 ensayos. Se evalúa temperatura, tiempo de cristalización y agitación.

En el primer set se realiza un solo fraccionamiento con solvente para verificar que los triglicéridos de interés (POP, POS Y SOS) se desplazan hacia una misma fracción (sólida), debido a que son similares en su estructura, es decir, son TAG's simétricos monoinsaturados.


En el segundo set, inicialmente se realizaron tres experimentos que fueron evaluados a una sola temperatura por un tiempo determinado. Por consiguiente, a partir del punto de fusión de aceites vegetales ricos en TAG's poliinsaturados se dio el inicio de partida para someter la mezcla grasa a 20.5°C que después de 24 horas se comportó en estado sólido. Dado este resultado se decide realizar dos ensayos más, aumentando la temperatura para ver el cambio de estado que sufre la mezcla grasa. Después, se realizan tres experimentos más con el fin de observar el comportamiento de la mezcla grasa frente a un enfriamiento gradual y controlado para dar un total de 6 experimentos.

Por último, en el tercer set y con base a los ensayos realizados en la cámara climática, se somete la grasa a una rampa de enfriamiento en los equipos fabricados. Se ejecutaron 6 ensayos que fueron suficientes para validar el montaje fabricado, observar el patrón del comportamiento de la mezcla grasa, establecer un momento de separación y estipular una rampa fija y un rango de temperatura final para evaluar la etapa de aglomeración.

## 2.1 EQUIPOS Y REACTIVOS

A continuación, se presentan en el cuadro 6 los equipos y reactivos utilizados para el desarrollo experimental y la caracterización de muestras grasas.

**Cuadro 6.** Equipos utilizados en la experimentación

Imagen	Características
 <p data-bbox="337 1514 792 1633">Baño de calentamiento y refrigerante 10L. Labcompanion RW3-0525</p>	<p data-bbox="837 1150 1425 1220">Rango de temperatura: Desde -25° hasta 150°C</p> <p data-bbox="837 1241 1333 1276">El control por microprocesador PID</p> <p data-bbox="837 1293 1373 1402">Calibración de la temperatura de tres puntos / ajuste automático / ejecución automática</p> <p data-bbox="837 1419 1373 1493">Sistema de protección de seguridad completa con señales de advertencia.</p> <ul data-bbox="886 1509 1438 1623" style="list-style-type: none"> <li>- Bajo nivel de líquido y el funcionamiento en seco, exceso de temperatura, exceso de corriente</li> </ul>


Cuadro 6. (Continuación)

Imagen	Características
 <p data-bbox="367 722 760 789">Cámara de clima constante HPP110</p>	<p data-bbox="837 373 1162 407">Temperatura: 0 a 70°C</p> <p data-bbox="837 428 1419 491">Humedad: Humidificación y deshumidificación activa de 10 - 90 % rh.</p> <p data-bbox="837 512 1409 546">Voltaje consumo eléctrico: aprox. 650 W</p> <p data-bbox="837 567 1448 705">Programación: Programación, administración y transmisión de programas a través del puerto Ethernet o el puerto USB mediante el software AtmoCONTROL</p> <p data-bbox="837 726 1422 865">Parámetros ajustables: Temperatura (Celsius o Fahrenheit), humedad relativa, tiempo de funcionamiento del programa, zona horaria, hora de verano/invierno</p>
 <p data-bbox="344 1255 782 1289">Bomba de vacío ROCKER 400</p>	<p data-bbox="837 978 1062 1012">Potencia: 100 W</p> <p data-bbox="837 1033 1338 1066">Presión máxima vacío: -680 mmHg</p> <p data-bbox="837 1087 1201 1121">Rotor del motor: 1750 rpm</p> <p data-bbox="837 1142 1036 1176">Voltaje: 110 V</p> <p data-bbox="837 1197 1023 1230">Ruido: 52 dB</p> <p data-bbox="837 1251 1364 1285">Manómetro tipo bourdon sin glicerina</p>
 <p data-bbox="367 1787 760 1820">Cristalizador enchaquetado</p>	<p data-bbox="837 1398 1458 1759">Dos cilindros espaciados concéntricos para la circulación de agua a diferentes temperaturas. El primer cilindro fabricado en polimetilmetacrilato con un diámetro de 5 cm y una altura de 18cm, tiene dos conexiones para manguera ¼ '' en extremos opuestos de la parte superior e inferior. El cilindro más pequeño es fabricado en vidrio claro, está graduado y tiene un pico en la parte superior.</p>

Cuadro 6. (Continuación)

Imagen	Características
 <p data-bbox="500 716 626 751">Agitador</p>	<p data-bbox="834 478 1459 659">Varilla de acero inoxidable con diámetro de 0.5 cm y 35 cm de longitud sujeta a dos hojas planas, de 0.8 cm de ancho y 13.5 cm de largo cada una, que generan un flujo axial impulsadas por el eje rotatorio.</p>
 <p data-bbox="337 1205 789 1272">Motor para agitación LIGHTNIN TSR 1516</p>	<p data-bbox="834 877 1349 945">Modelo de alto torque con velocidad variable</p> <p data-bbox="834 963 1333 999">Rango de velocidades: 10-500 rpm</p> <p data-bbox="834 1018 1395 1085">Temporizador: Para cuentas regresivas solamente</p> <p data-bbox="834 1104 1398 1140">Posicionador de ángulo del eje: (0- 45°)</p> <p data-bbox="834 1159 1438 1226">Tres impulsores diferentes :(A-310, A-100, R-100)</p>
 <p data-bbox="334 1633 792 1701">Balanza de precisión Kern EWB 620-2M</p>	<p data-bbox="834 1434 1398 1470">Rango de capacidad: Desde 0.5 a 620g</p> <p data-bbox="834 1488 1101 1524">Precisión: +- 0.01g</p> <p data-bbox="834 1543 1308 1579">Dimensiones: 182 x 235 x 75 mm</p>

Cuadro 6. (Continuación)

Imagen	Características
 <p data-bbox="324 661 803 766">Plancha de calentamiento con agitación magnética Heidolph MR HEI- STANDARD</p>	<p data-bbox="836 394 1453 499">Control electrónico de la temperatura y diales de control analógicos para velocidad de agitación y temperatura</p> <p data-bbox="836 520 1404 552">Rango de temperaturas: De 20 a 300°C</p> <p data-bbox="836 573 1453 604">Rango de velocidades: De 100 a 1400 rpm</p> <p data-bbox="836 625 1063 657">Precisión: +-2%</p> <p data-bbox="836 678 1307 709">Dimensiones: 173 x 277 x 94 mm</p>

Cuadro 7. Listado de reactivos necesarios en los diferentes análisis de laboratorio

Análisis	Reactivo
Punto de fusión	Agua fría
	Hielo
Índice de Yodo	Cloroformo
	Reactivo de Wijs
	Yoduro de Potasio
	Tiosulfato de sodio 0.1 N
	Almidón
Fraccionamiento con solventes	Hexano
	Acetona

Cuadro 8. Descripción de los equipos utilizados en los diferentes análisis de laboratorio

Análisis	Equipo	Características
Índice de Yodo	Dosimat	Mayor precisión y comodidad en el manejo de líquidos rutinario.

Cuadro 8. (Continuación)

Análisis	Equipo	Características
Perfil de fusión	Minispec mq one SFC Analyzer	Espectrómetro de resonancia magnética nuclear, portátil que se usa en la industrial para grasa sólida.
	Baños de calentamiento y enfriamiento	Estos baños son ideales para aplicaciones industriales o de laboratorio con una amplia variedad de requisitos de control de temperatura.

## 2.2 PRUEBAS DE CARACTERIZACIÓN

Es necesario caracterizar las muestras grasas recolectadas para conocer algunas de sus propiedades físicas y químicas. Para esto se desarrollan los siguientes análisis de laboratorio.

**2.2.1 Contenido de grasa sólida.** Las muestras son atemperadas por su carácter especial para llevarlas a la forma polimórfica más estable (Forma beta), calentándose en primer lugar hasta 100°C durante 15 minutos y luego 5 minutos a 60°C, después se hace un cambio brusco hasta 0°C durante 90 minutos y posteriormente se deja en 26°C durante 40 horas para asegurar la formación de los cristales Beta. Eventualmente se lleva hasta 0°C de nuevo durante 90 minutos, para finalmente ponerlo en la temperatura de medición durante una hora. El contenido de grasa sólida se determina utilizando Resonancia Magnética Nuclear de pulso, siguiendo el método de la AOCS Cd 16b-93.<sup>41</sup>

**2.2.2 Perfil de triglicéridos.** El perfil de triglicéridos se realizó mediante cromatografía de gases siguiendo el método de la comisión europea “Descripción del método de cuantificación de equivalentes de manteca de cacao en manteca de cacao y chocolate amargo”<sup>42</sup>. Se determina el perfil de TAG’s en mezclas grasas, usando dos columnas en el laboratorio de SIGRA S.A

<sup>41</sup> 42. AMERICAN OIL CHEMIST’S SOCIETY. Solid fat content (SFC) by Low-Resolution Nuclear Magnetic Resonance, Direct Method. CD 16b-93. 7th edition.

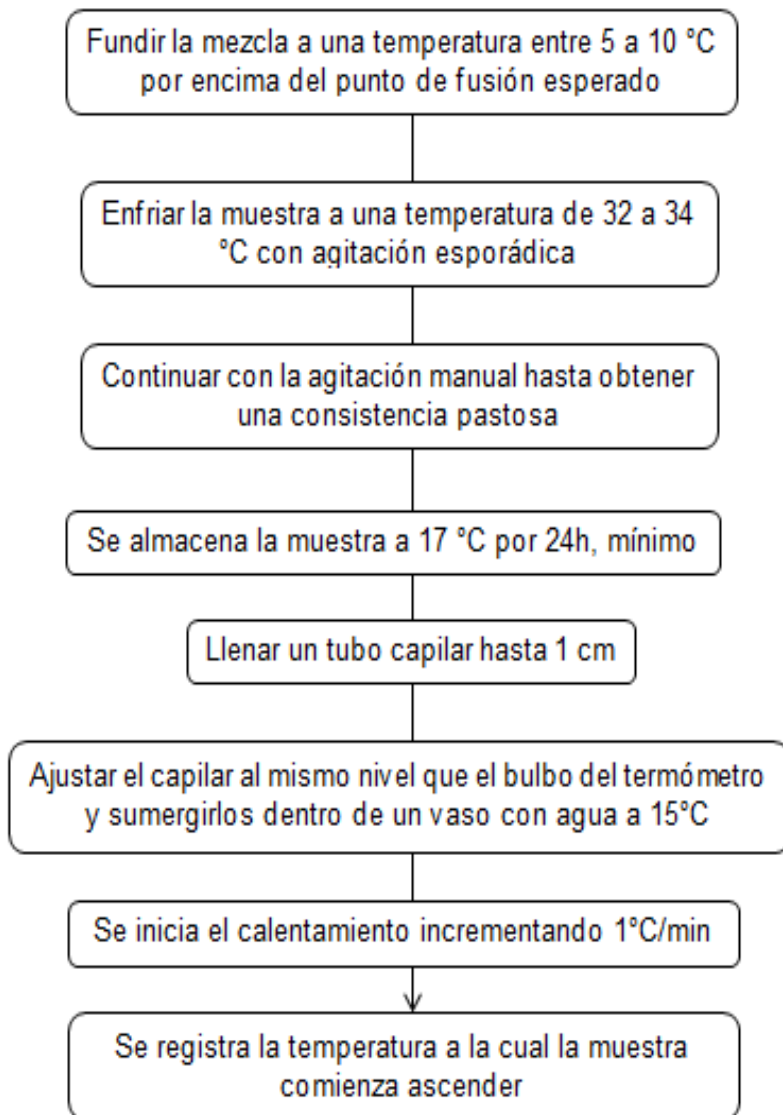
<sup>42</sup> EUROPEAN COMMISSION JOINT RESEARCH CENTRE. Method description for the quantification of cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate. EUR 20831. GEEL BELGIUM. 2003.p 10.



- Columna 1: RESTEK GC Columns. Rtx – 65 TG. 30m 0.25 mm 0.1 um cat#:17008
- Columna 2: Agilent J&w GC Columns. CP- TAP Cb UtilMetal. 25 m 0.25 mm 0.1 um P/N: CP/7463

### 2.2.3 Punto de fusión. Análisis cualitativo, basado en la norma ICONTEC 213.<sup>43</sup>

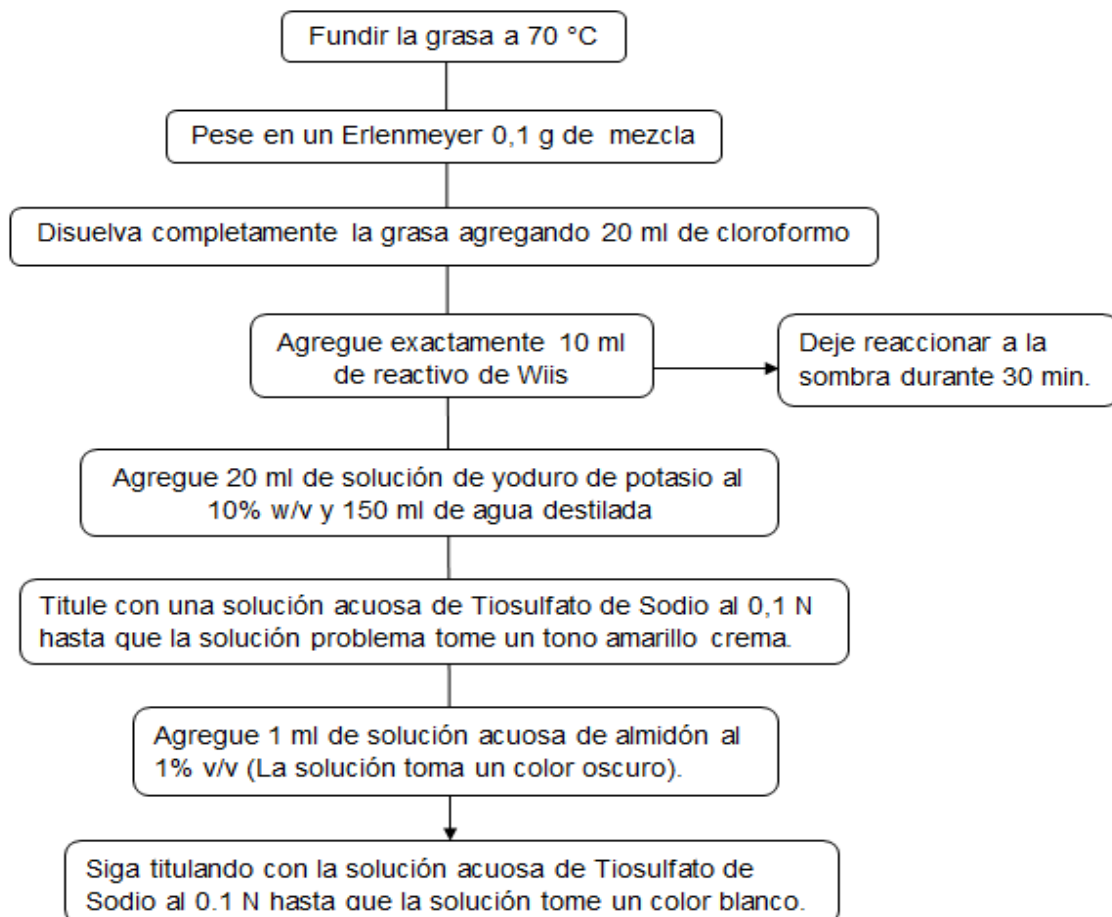
#### Ilustración 8. Procedimiento para realizar el punto de fusión



<sup>43</sup> ICONTEC. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del punto de fusión. (punto de deslizamiento). NTC 213. Bogotá D.C.: El instituto, 2002. p.3.

#### 2.2.4 Índice de yodo (IV). Análisis químico que se realiza basado en la norma ICONTEC 236.<sup>44</sup>

**Ilustración 9.** Procedimiento para realizar el índice de yodo



### 2.3 CARACTERIZACIÓN DE LA MEZCLA GRASA

SIGRA S.A suministra una mezcla grasa con el interés de obtener una fracción cuya composición en los TAG'S POP, POS y SOS sea similar a la de la manteca de cacao.

La mezcla grasa es rica en POP, POS, POO y SOS (Tabla 2). El SOO es el quinto triglicérido con mayor composición. La agrupación de "otros" (especificados en la Tabla 3) es un conjunto de TAG's presentes que individualmente tienen composiciones menores al 1%, pero que al ser sumadas representan un porcentaje mayor al 2%.

<sup>44</sup> ICONTEC. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de peróxidos. NTC 236. Bogotá D.C.: El instituto, 2011. p.8.

Los principales componentes son triglicéridos del tipo Disaturado-monoinsaturado ( $S_2I$ ) con (68.47%) y monoinsaturado-diinsaturado ( $SI_2$ ) con (29.03%); El estado físico de este tipo de triglicéridos es sólido-semisólido y semisólido-líquido<sup>45</sup>, respectivamente. Los del tipo trisaturado ( $S_3$ ) ocupan un 0.63% en la composición y en menor cantidad están los triinsaturados ( $I_3$ ) con un porcentaje de 0.08%.

**Tabla 2.** Composición de la mezcla grasa

<b>TAG</b>	<b>Composición %</b>
POP	25,83
POS	28,36
SOS	14,28
POO	26,72
SOO	2,31
OTROS	2,48

**Tabla 3.** Composición de los “otros” TAG en la mezcla grasa

<b>Otros triglicéridos</b>	
<b>TAG</b>	<b>Composición %</b>
TAG VOLATILES	0,38
PPP	0,58
MOP	0,09
PPS + PSP	0,05
PLP	0,9
TAG intermedio 1.	0,13
PLS	0,2
PLO	0,04
SLS+OOO	0,08
SOA	0,03
TOTAL	2,48

**Tabla 4.** Propiedades físicas y químicas de la mezcla grasa

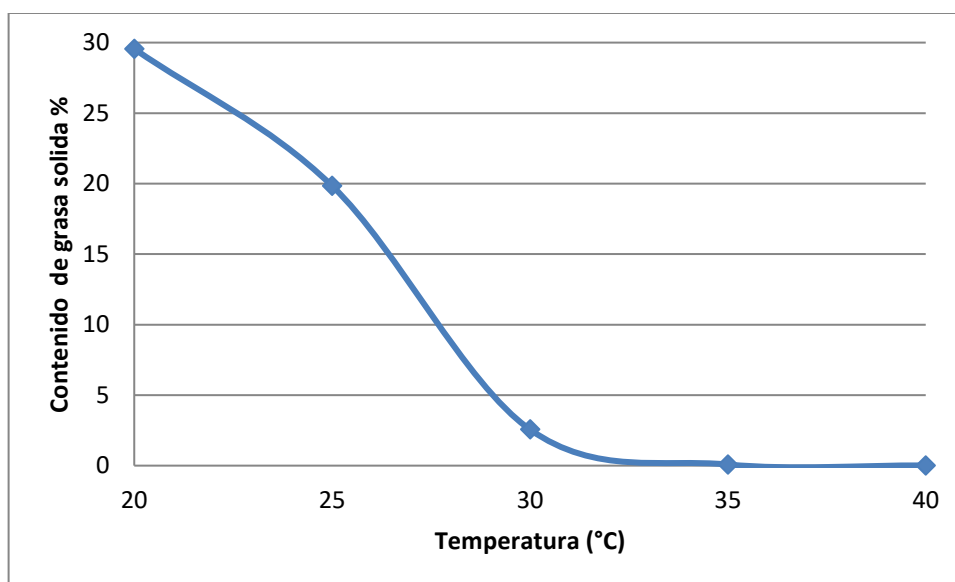
<b>Análisis Fisicoquímicos</b>	
Punto de fusión	26°C
Índice de Yodo	47

<sup>45</sup> MARA & BARRERA, Op. Cit, p.266

**Tabla 5.** Perfil de fusión de la mezcla grasa

<b>T (°C)</b>	<b>%SFC</b>
20	29,558
25	19,837
30	2,563
35	0,082
40	0,014

**Gráfica 1.** Curva de sólidos para la mezcla grasa



## 2.4 ENSAYOS PRELIMINARES

La agitación, la temperatura y el tiempo en la cristalización fraccionada del POP, POS y SOS en una mezcla grasa fueron estudiadas en las instalaciones de SIGRA S.A haciendo uso de las cámaras climáticas HPP 110 y de un cristizador de vidrio con chaqueta de acrílico por la que circula agua termo regulada por el baño de calentamiento y refrigerante RW3-0525. Con la experimentación en las cámaras climáticas se logra comprobar que un enfriamiento gradual ayuda a preservar la selectividad de triglicéridos y a evitar gradientes de temperatura dentro de la mezcla<sup>46</sup>. El diseño del cristizador, el cual se puede considerar como el corazón

<sup>46</sup>CALLIAUW. Gijs. Dry fractionation. Edible oil processing [en línea] 18 de Mayo de 2011 : [Fecha de consulta: 29 de Agosto de 2017] Disponible en:<<http://lipidlibrary.aocs.org/OilsFats/content.cfm?ItemNumber=40328>>

tecnológico del fraccionamiento, parte de la necesidad de generar un medio en donde la grasa se enfríe gradualmente y que permita controlar la temperatura y la agitación para mantener la suspensión cristalina y transferencia de calor lo más homogénea posible. En este equipo ocurre la nucleación, crecimiento y aglomeración de cristales, las cuales se consideran como las etapas de la cristalización, también se necesita de otra operación unitaria para separarlos de la parte líquida porque en el cristizador se forma una solución viscosa, opaca, que aparentemente es de una sola fase. En el artículo llamado “Fraccionamiento en seco una tecnología aprobada” se encuentra que cuando los cristales son bien formados, relativamente pequeños y duros, la filtración puede realizarse en un filtro –prensa.<sup>47</sup> Este tipo de filtro tiene una operación muy sencilla: Primero el lodo líquido es bombeado a las cámaras que se encuentran rodeadas por lonas filtrantes. Al bombear la presión se incrementa y el lodo es forzado a atravesar las lonas, provocando que los sólidos se acumulen y formen una pasta seca.<sup>48</sup> Entonces se busca una unidad de proceso que simule una cámara cerrada herméticamente que reciba un empuje desde la parte superior y que al fondo tenga instalado un filtro que permita el paso del líquido pero que retenga los cristales formados, y así recolectar una torta sólida atrapada entre el filtro y el émbolo que genera el empuje desde la parte superior.

Se seleccionan la temperatura, el tiempo y la agitación porque tienen un efecto directo en la separación de la mezcla grasa. En primer lugar, la temperatura y el tiempo cumplen un papel importante en la nucleación y en la formación de cristales. A continuación, se describe la importancia de cada una de ellas.

- Tiempo final de cristalización: Una variable de ajuste fino porque está determinada a criterio de los experimentadores durante el procedimiento. Esta variable se torna subjetiva y por lo tanto no puede ser considerada completamente independiente porque no puede ser establecida como constante en todos los experimentos. No obstante, es de vital importancia que sea evaluada porque es una condición de operación que tiene que ser medida en el proceso para definir en qué momento hay que separar.
- Temperatura final de cristalización: La temperatura de toda la rampa afecta la formación y crecimiento de cristales. Sin embargo, solo se escoge la temperatura final en donde se aglomeran los cristales, porque es la más crítica para cristalizar ya que se observó que en esta etapa es donde se forma la consistencia que definirá si estos son lo suficientemente estables para soportar la fuerza generada en la separación y además es la etapa donde la mezcla grasa tiene el cambio

---

<sup>47</sup> TIRTIAUX, Alain. Fraccionamiento en seco, una tecnología comprobada. En: Boletín El Palmicultor. Febrero de 1990. No 217. p 5-6.

<sup>48</sup> QUIMINET. El funcionamiento del filtro prensa [en línea] 30 de Enero de 2008 : [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en:< <https://www.quiminet.com/articulos/el-funcionamiento-del-filtro-prensa-23843.htm>>

que más fácil se puede apreciar a la vista, porque hay un cambio de color y un cambio en la consistencia.

- Agitación: Se busca comprobar si una agitación intensa pero no destructiva facilita la homogeneización de la mezcla lo cual permite una cristalización uniforme y continua.<sup>49</sup> Además, el fraccionamiento en seco realizado a escala industrial por SIGRA SA, cuenta con un sistema de agitación constante el cual necesita ser simulado.

**2.4.1 Fraccionamiento con solventes.** Se decide replicar el fraccionamiento con solventes, previamente ilustrado en el artículo de referencia, en el cual se utilizó hexano y acetona con el fin de obtener tres fracciones diferentes de un complejo graso (Ilustración 10). Este proceso, que fue resultado de la interesterificación enzimática de la oleína de palma catalizada por Lipozyme IM20 con ácido esteárico, se realizó con el fin de corroborar que los triglicéridos similares en la estructura de la oleína de palma siguen un patrón de comportamiento determinado durante la cristalización fraccionada. De este modo, se comprueba que los triglicéridos de interés se desplazan hacia una misma fracción, debido a que son similares en su estructura, es decir, son simétricos monoinsaturados.

Por otro lado, el uso de solventes orgánicos representa un mayor costo y riesgos de operación para la cristalización fraccionada. Por este motivo, se busca un proceso de fraccionamiento en seco, que abarate los costos y, además, que sea amigable con el medio ambiente.

La Tabla 6 muestra la distribución de los triglicéridos hacia cada una de sus fracciones después del fraccionamiento con solventes realizado por C.N Chong.

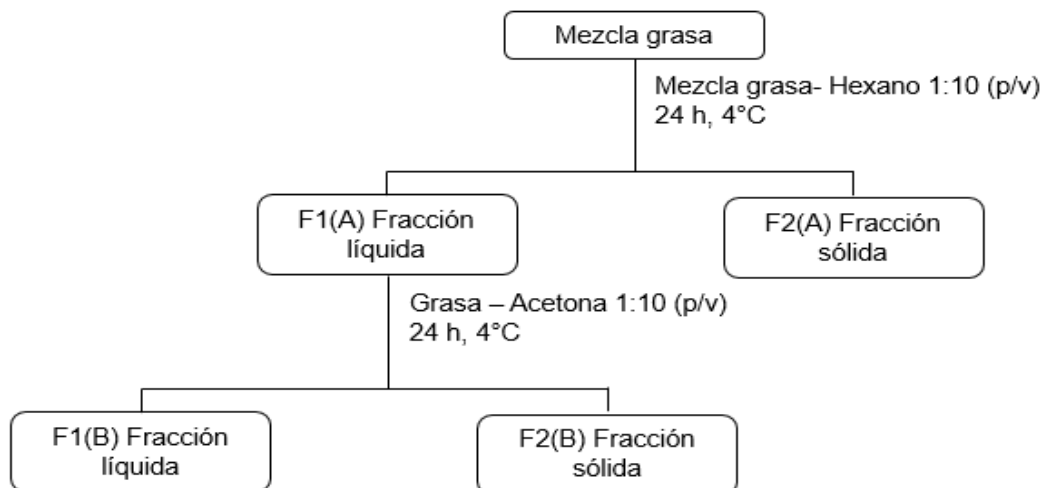
A partir de esto se observa que el sólido obtenido en el primer fraccionamiento (F2(A)) con hexano estaba compuesto en un 98.8% por los triglicéridos trisaturados del tipo  $S_3$  (PPP/PPS/SPS/SSS).

El sólido obtenido en el segundo fraccionamiento (F2 (B)) con acetona tenía en su composición un 67.7% de triglicéridos monoinsaturados del tipo (POP/POS/SOS/PPL) y el líquido obtenido en el segundo fraccionamiento es rico en triglicéridos con más insaturaciones de tipo POL/POO/SOO y OOL/OOO.

---

<sup>49</sup> KELLENS, Op. cit, p.339

**Ilustración 10.** Proceso de separación con solventes de la mezcla grasa (Replica del proceso seguido en el artículo de referencia)



**Nota.** Se hizo recuperación de solventes por destilación después de cada fraccionamiento.

Entonces, según el fraccionamiento realizado por C.N Chong se podría decir que los triglicéridos con mayor saturación ( $S_3$ ) se fraccionan primero y por último se fraccionan los de menor insaturación ( $I_3$ ); mientras que los triglicéridos del tipo  $S_2I$  y  $SI_2$  no se fraccionan ni desplazan a una fracción en específico, sino que se reparten entre todas.

**Tabla 6.** Distribución de glicéridos en las fracciones obtenidas a partir de oleína de palma interesterificada a través de fraccionamiento con solventes

**Distribución de glicéridos (% p/p)**

Fracción	Diglicéridos	$S_3$	$S_2I$	$SI_2$	$I_3$
F2 (A)	30.9	98.8	11.9	1.4	-
F1 (B)	9.7	1.2	67.7	16.2	11.1
F2 (B)	59.4	-	20.4	82.4	88.9

Fuente: Chong, C., Hoh, Y., & Wang, C. (1992). Fractionation Procedures for Obtaining Cocoa Butter Like Fat from Enzymatically Interesterified Palm Olein. Op.cit. 139. Modificado por el autor

La Tabla 7 muestra la composición de TAG's de la mezcla grasa inicial, las fracciones obtenidas y la manteca de cacao. De este modo, es posible observar si hubo alguna fracción similar a los TAG's que componen la manteca de cacao; también ayuda evaluar si hubo o no fraccionamiento el cual se evidencia con el desplazamiento de triglicéridos.

Si se asume que los triglicéridos con mayor número de ácidos grasos saturados se desplazaran primero, como en el artículo de referencia, se espera que en la primera fracción sólida se encuentren los triglicéridos de interés porque estos son los que mayor saturación tienen en la mezcla grasa que se trabaja. También se observa que el triglicérido con mayor insaturación en la mezcla grasa es el POO y por lo tanto debería ubicarse en su mayoría en la fracción líquida.

La evaluación del comportamiento de triglicéridos en cada fracción es la siguiente:

- F2(A) es una fracción rica en monoinsaturados simétricos y tiene un perfil de fusión similar al de la manteca de cacao de referencia (Gráfica 2). Esto ocurre porque la mezcla inicial no tenía triglicéridos trisaturados en una cantidad significativa y por eso fue suficiente el primer fraccionamiento para favorecer el crecimiento de los cristales de TAG's con mayor saturación en la mezcla que son POP, POS y SOS.
- F2 (B) es una fracción que cuenta con una concentración significativa de POO, un triglicérido con doble insaturación el cual puede afectar las propiedades de fusión porque es la mayor diferencia en composición entre F1(A) y F(B) y en la Gráfica 2 se presenta que sus curvas de sólidos son muy diferentes. Al ver que en esta fracción se agrupan los triglicéridos monoinsaturados y monosaturados se podría inferir que estos triglicéridos pueden cristalizar en una misma fracción a pesar de tener diferencias en su estructura.
- F1 (B) presenta una mayor concentración del POO, pero también presenta composiciones significativas de POP, POS y SOS.

A partir de esto se resalta que bajo las condiciones de 4°C por 24 h el hexano permite la cristalización del POP, SOS y POS mientras mantiene a los POO y SOO en estado líquido.

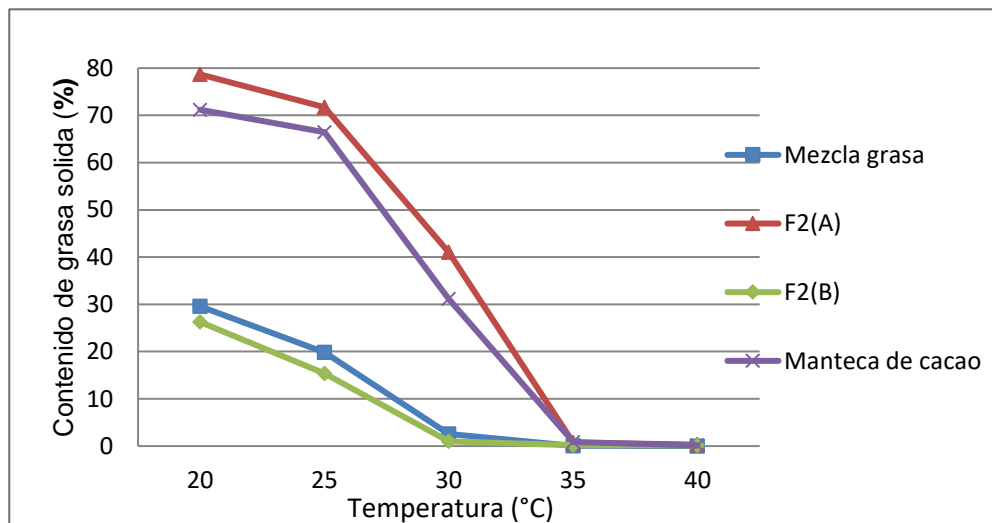
**Tabla 7.** Composición de las fracciones de la mezcla grasa obtenidas por el fraccionamiento con solventes

<b>Composición de TAG'S (%)</b>						
<b>FRACCION</b>	<b>POP</b>	<b>POS</b>	<b>SOS</b>	<b>SOO</b>	<b>POO</b>	<b>OTROS</b>
Mezcla grasa	25.83	28.36	14.28	2.31	26.72	2.48
F2 (A)	26.48	35.4	21.85	0.28	3.87	12.12
F1 (B)	18.48	11.91	6.00	3.26	58.95	1.42
F2 (B)	28.49	28.34	9.42	2.38	22.15	9.22
Manteca de cacao	23.01	39.06	23.83	1.86	1.76	10.49



Los resultados obtenidos en las pruebas de contenido de grasa sólida (Gráfica 2) muestran que hay diferencias en los comportamientos de fusión entre las fracciones sólidas obtenidas y la mezcla grasa inicial. Además, se muestra la curva de sólidos de la Manteca de Cacao para evidenciar la similitud del comportamiento que presenta la fracción sólida obtenida en el primer fraccionamiento (F2(A)) con este compuesto. Se observa que F2(A) tiene un contenido de sólidos similar a la MC entre 20 y 35°C y una fusión total a 35°C. La mezcla grasa y F2 (B) tienen un menor porcentaje de sólidos entre 20 y 35°C.




**Gráfica 2.** Curva de sólidos de la mezcla grasa, fraccionamientos con solvente y manteca de cacao de referencia



**2.4.2 Cristalización fraccionada en cámara de clima constante hpp110.** Las observaciones que se hacen en esta corrida experimental de seis ensayos (los cuales son resumidos y descritos en el cuadro 9) resultan valiosas para la sección posterior, que consiste en el diseño y corrida experimental de un cristizador a nivel laboratorio, semejante a uno industrial.

Previo al diseño de rampas de temperatura que generen el enfriamiento controlado, se ejecutó una serie de tres ensayos, de tal forma que se pudiera observar el comportamiento de la mezcla en una sola temperatura durante un periodo de 24 horas; para esto, se programó manualmente la cámara HPP110. Los intervalos dentro de este rango de temperatura fueron seleccionados porque los puntos de fusión de aceites ricos en POO y SOO son aproximadamente 18°C.

**Cuadro 9.** Resumen de las condiciones y observaciones del fraccionamiento en seco de las cámaras climáticas de primeros tres ensayos

Ensayos	Tiempos y temperaturas	Observaciones	Evidencia
1	21°C x 24h	Dos fases de distinto color y consistencia, que no se pueden separar	
2	20.5 °C x 24h	Se Solidifico toda la muestra al estar 24 horas en 20.5°C	
3	23 °C x 24h	Se mantuvo totalmente líquida la mezcla grasa	

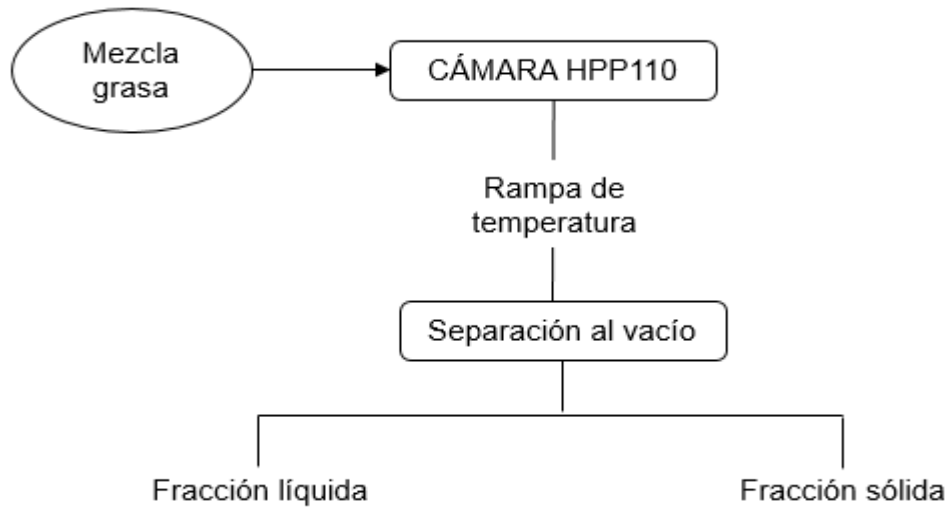
Con la información anterior se decide ejecutar tres ensayos más siguiendo el procedimiento descrito en la Ilustración 11. En el primero de ellos se diseña una rampa de temperatura manualmente a 23 y 22.5°C en 13.5 y 5 horas respectivamente. Estas temperaturas fueron definidas porque a 20.5 °C la mezcla grasa mostró una tendencia a solidificarse en su totalidad y a 23 °C la mezcla mostró una tendencia a permanecer totalmente líquida.

Los dos últimos ensayos se enfocan en observar el comportamiento de la mezcla grasa bajo un enfriamiento gradual y controlado desde 70°C hasta 19.5°. Los intervalos dentro de este rango de temperatura fueron seleccionados porque los puntos de fusión de la manteca de cacao y de los aceites ricos en POO y SOO son 30° y 18°C, respectivamente. Además, se inicia la rampa desde 70 °C para romper toda memoria de cristal.

**Cuadro 10.** Resumen de las condiciones y observaciones del fraccionamiento en seco de las cámaras climáticas de los últimos 3 ensayos

<b>Ensayos</b>	<b>Tiempos y temperaturas</b>	<b>Tiempo total (h)</b>	<b>Observaciones</b>
4	23°C x 13h 30 min 22.5°C x 5h	18.5	Se programó manualmente. Se bajó la temperatura a 22.5 °C porque después de 13h a 23 °C la mezcla hasta ahora empezaba a cristalizar. Al final, se distinguen dos fases de color diferente.
5	70°C x 5h De 70 a 30°C en 2h De 30 a 24°C en 6h De 24 a 20°C en 10h 19.5°C x 10h	33.01	El último paso de la rampa, es decir los 19.5°C constantes durante 10 horas, no se habían programado inicialmente, pero los experimentadores tomaron la decisión al ver que hasta ahora comenzando a dividirse en dos fases
6	70°C x 4h De 70 a 30°C en 5h De 30 a 24°C en 6h De 24 a 20°C en 10h De 20 a 19.5°C en 24h	49.08	Esta rampa varía con respecto a la anterior en que estuvieron 2 horas más a 70°C por cuestiones de acomodar el tiempo a los horarios de trabajo en las instalaciones de SIGRA S.A. Además, se unieron los dos últimos pasos de cada rampa.

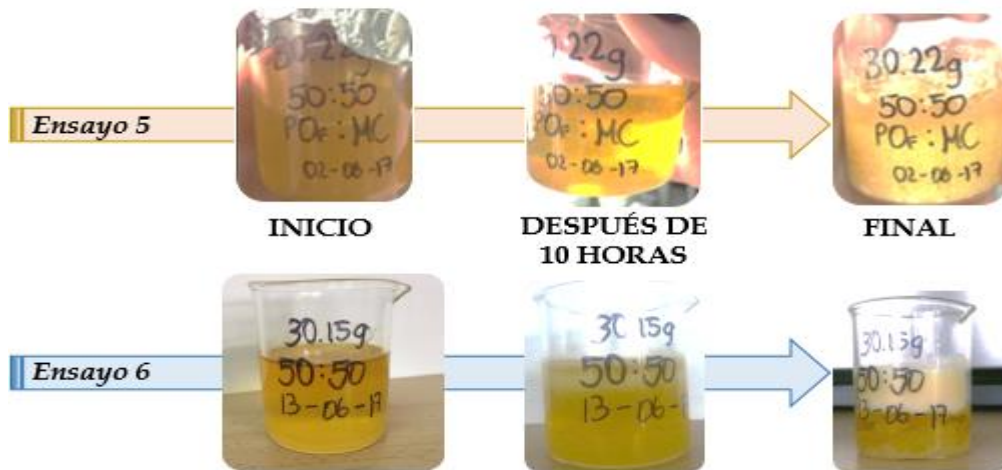
### Ilustración 11. Fraccionamiento en seco en cámaras climáticas



La separación de las fases se realizó generando vacío con la bomba ROCKER 400 y filtrando la muestra con papel filtro a través de un embudo. Para los ensayos 5 y 6 se hizo un seguimiento fotográfico (Ilustración 12) en donde se notaba la diferencia y la formación de fase sólida con el transcurso del tiempo. Visualmente la mezcla cambió su color desde un amarillo claro sin ninguna turbidez, a la distinción de dos fases, una de un color crudo similar al de la manteca de cacao y la otra a una fase líquida y clara.

Los únicos ensayos que generaron muestras para análisis fueron los 4,5 y 6 así que se realizan pruebas sobre seis muestras generadas que se muestran a continuación.

### Ilustración 12. Seguimiento fotográfico de los ensayos 5 y 6



Las pruebas de IV y punto de fusión arrojan resultados registrados en la Tabla 8 y estos pueden ser comparados entre sí para encontrar si hay diferencias físicas y de saturación entre las fracciones obtenidas. Los puntos de fusión de las fracciones oscilan entre 23 y 26°C, mientras que los de las líquidas entre 16 y 19°C, y es por esto que a temperatura ambiente se nota la diferencia entre líquido y sólido. El índice de yodo de las fracciones líquidas es más alto que el de las sólidas, lo que quiere decir que hay una mayor insaturación en las muestras líquidas. A nivel general y con base a estas propiedades se podría decir que el fraccionamiento generó dos partes con propiedades diferentes entre sí, es decir que se logró realizar una modificación de la grasa a través del enfriamiento controlado.

**Tabla 8.** Reporte de resultados para los ensayos 4, 5 y 6

Ensayo	Fracción sólida			Fracción líquida		
	Rendimiento %	IV	Pf (°C)	Rendimiento %	IV	Pf (°C)
4	26,09	39,27	23	56,40	59,8	17
5	18,53	38,55	26	61,61	47,38	19
6	50,25	47	26	28,69	51,86	16

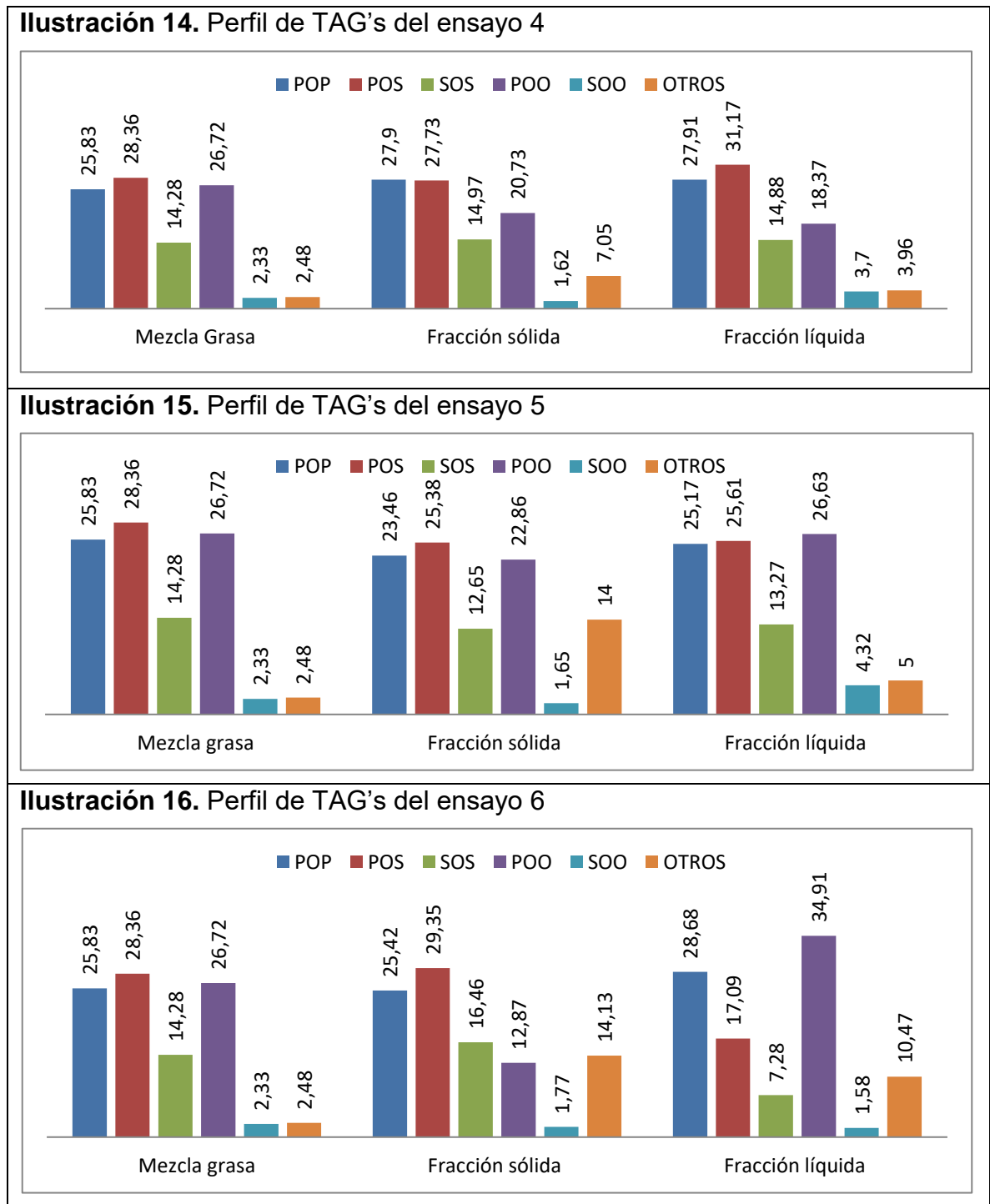
El perfil de triglicéridos permite analizar si estos muestran alguna tendencia a desplazarse hacia una fracción en específico. Además, se puede relacionar la composición química con el comportamiento físico de las fracciones. Por ejemplo, del perfil de TAG's del ensayo 6 (Ilustración 16) se evidencia un mayor desplazamiento del POO (del tipo  $SI_2$ ) hacia la fracción líquida, dicha fracción tiene un menor punto de fusión y un mayor IV que la sólida (Tabla 8) y a partir de esto se podría inferir que la presencia de dobles enlaces disminuye la temperatura de fusión y que la presencia de POO es proporcional al IV.

Con la información de las cromatografías y con los rendimientos se diseña una base de cálculo de 100g que permite calcular la cantidad de masa que se perdería en forma de mermas y que se distribuye en las diferentes fases. La columna de desfase en esta ilustración representa la diferencia entre la cantidad real de triglicérido y la cantidad calculada. Se presenta a continuación en la Ilustración 13 con la base de cálculo para el ensayo 4 y se genera un anexo en donde se adjuntarán el resto de bases de cálculo de ensayos posteriores (a partir del anexo D). De la base de cálculo del ensayo 4 se podría inferir que hay 28,36 g de POS en 100 g de mezcla grasa y que al somerla a el enfriamiento lento y graduado desde 23°C a 22.5°C este POS se distribuirá de tal forma que 17.58 g permanezcan en la matriz líquida y 7.23 g se desplacen a la fracción sólida. Con unas pérdidas en el sistema de 7.23 g de POS.

**Ilustración 13.** Base de cálculo para el ensayo 4

<b>ENSAYO 4 CAMARA CLIMATICA</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<i>ANÁLISIS</i>	<i>Mezcla grasa</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Mermas</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Suma</i>	<i>Desfase</i>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,57	0,69	0,07	0,15	0,39	0,60	-0,22
<i>PPP</i>	0,58	0,83	0,08	0,10	0,22	0,05	0,36	0,22
<i>MOP</i>	0,09	1,29	0,78	0,02	0,34	0,44	0,79	-0,70
<i>PPS + PSP</i>	0,05	1,28	0,00	0,01	0,33	0,00	0,34	-0,29
<i>POP</i>	25,83	27,90	27,91	4,52	7,28	15,74	27,54	-1,71
<i>PLP</i>	0,90	1,90	1,49	0,16	0,50	0,84	1,49	-0,59
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,31	0,26	0,02	0,08	0,15	0,25	-0,12
<i>PSS</i>	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	-0,01
<i>POS</i>	28,36	27,73	31,17	4,97	7,23	17,58	29,78	-1,42
<i>POO</i>	26,72	20,73	18,37	4,68	5,41	10,36	20,45	6,27
<i>PLS</i>	0,20	0,30	0,21	0,04	0,08	0,12	0,23	-0,03
<i>PLO</i>	0,04	0,07	0,06	0,01	0,02	0,03	0,06	-0,02
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,02	0,02	-0,02
<i>SSS</i>	0,00	0,07	0,03	0,00	0,02	0,02	0,04	-0,04
<i>SOS</i>	14,28	14,97	14,88	2,50	3,91	8,39	14,80	-0,52
<i>SOO</i>	2,33	1,62	3,70	0,41	0,42	2,09	2,92	-0,59
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,25	0,14	0,01	0,07	0,08	0,16	-0,08
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,01	-0,01
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,03	0,03	-0,03
<i>SOA</i>	0,03	0,18	0,11	0,01	0,05	0,06	0,11	-0,08
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>TOTAL</i>	100,00	100,00	100,00	17,51	26,09	56,40	100,00	0,00

**Tabla 9.** Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía para los ensayos 4,5 y 6



Con los datos de la Tabla 9 se pueden comparar los resultados obtenidos y se puede inferir lo siguiente:

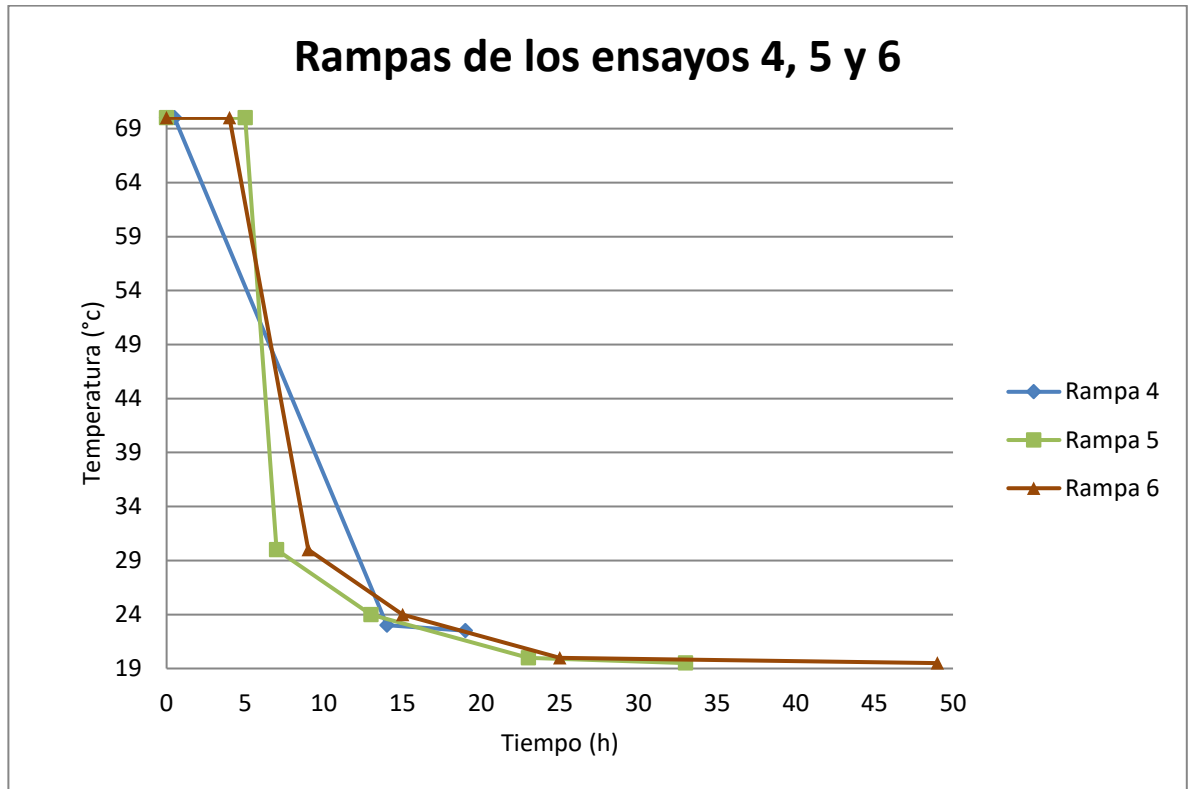
- El ensayo con mayor composición de POO en la fracción líquida fue el 6 con un 34.91%. Se obtuvo el mayor fraccionamiento para el POO, porque la fracción sólida cuenta con un 12.87% de este triglicérido.
- La composición más parecida a la de la manteca de cacao (POP= 23.01%, POS=39.06% SOS= 23.83%, registrados en la Tabla 1) se obtuvo en el ensayo 6.
- Entre la fase sólida y líquida del ensayo 4 se guarda la misma proporción en la concentración de triglicéridos, e incluso se guarda la misma proporción que la mezcla grasa. Así que se puede decir que no hubo cristalización de triglicéridos, sino que sólo hubo un cambio del estado líquido a sólido en una porción del 26% mezcla grasa. (Rendimiento registrado en la Tabla 8).
- Entre la fase sólida y líquida del ensayo 5 se guarda casi que la misma proporción en la concentración de triglicéridos, e incluso se guarda la misma proporción que la mezcla grasa. Así que se puede decir que no hubo cristalización selectiva de triglicéridos, sino que sólo hubo un cambio del estado líquido a sólido en una porción del 18.53% mezcla grasa. (Rendimiento registrado en la Tabla 8).
- El grupo de “otros triglicéridos” tiende a desplazarse hacia la fracción sólida y se puede decir que su presencia aumenta el punto de fusión y reduce el grado de insaturación. Esto se puede explicar porque la mayoría de este grupo son TAG's del tipo  $S_3$ , es decir lo más pesados y saturados.

Las diferencias de comportamiento de los fraccionamientos pueden explicarse a partir de las rampas de temperatura diseñadas para cada ensayo. Si se asume que el sexto fue el mejor ensayo y se compara su rampa de temperatura con las otras dos diseñadas (Gráfica 3) se muestra que hubo un tiempo de aproximadamente cinco horas a 70°C y que tiene un enfriamiento más lento y graduado (pendientes menos inclinadas en la gráfica) especialmente en el último intervalo de 24 a 19.0°C, además de una mayor permanencia en la última temperatura.

Adicionalmente se observa que sin agitación no se forma una solución viscosa como la que se describe en la literatura.



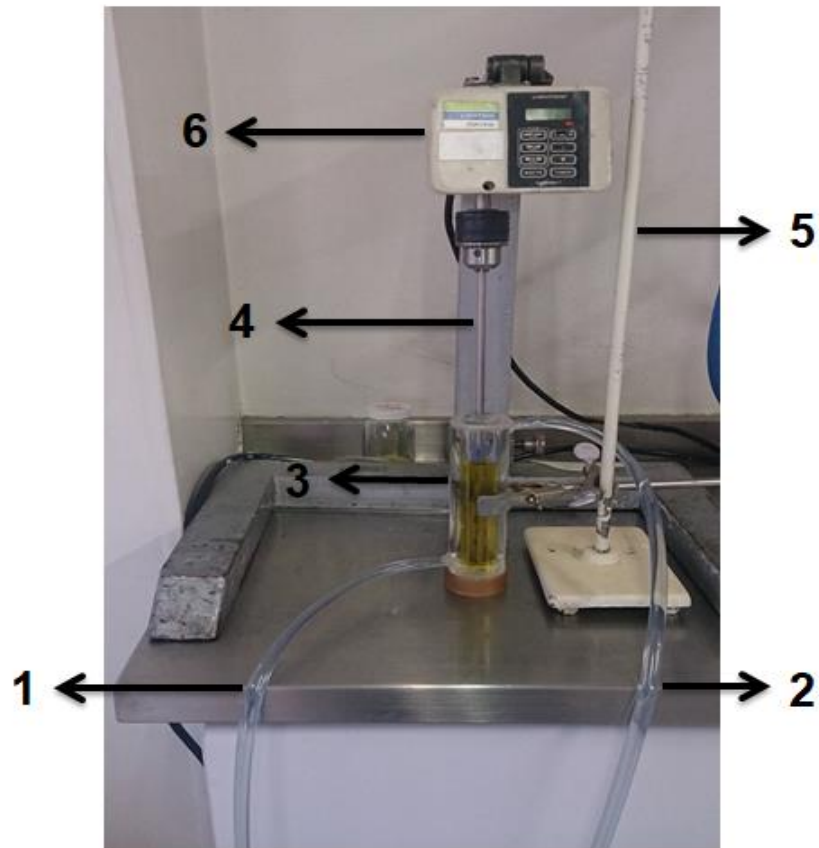
**Gráfica 3.** Rampas de temperatura para los ensayos 4, 5 y 6.



**2.4.3 Cristalización fraccionada con cristalizador enchaquetado.** Se adiciona mezcla grasa al cristalizador de vidrio enchaquetado con acrílico por donde circula agua termo regulada por el baño RW3-0525. La velocidad de agitación es de 20 rpm. La rampa de temperatura incluye la fusión completa de la mezcla seguida de un enfriamiento gradual y controlado. El montaje diseñado es el que se muestra en la Ilustración 17 y tiene las siguientes partes:

1. Manguera conectada a la salida de la chaqueta de enfriamiento.
2. Manguera conectada a la entrada de la chaqueta de enfriamiento.
3. Cristalizador de vidrio enchaquetado
4. Agitador en acero inoxidable
5. Soporte universal
6. Motor

**Ilustración 17. Montaje experimental**

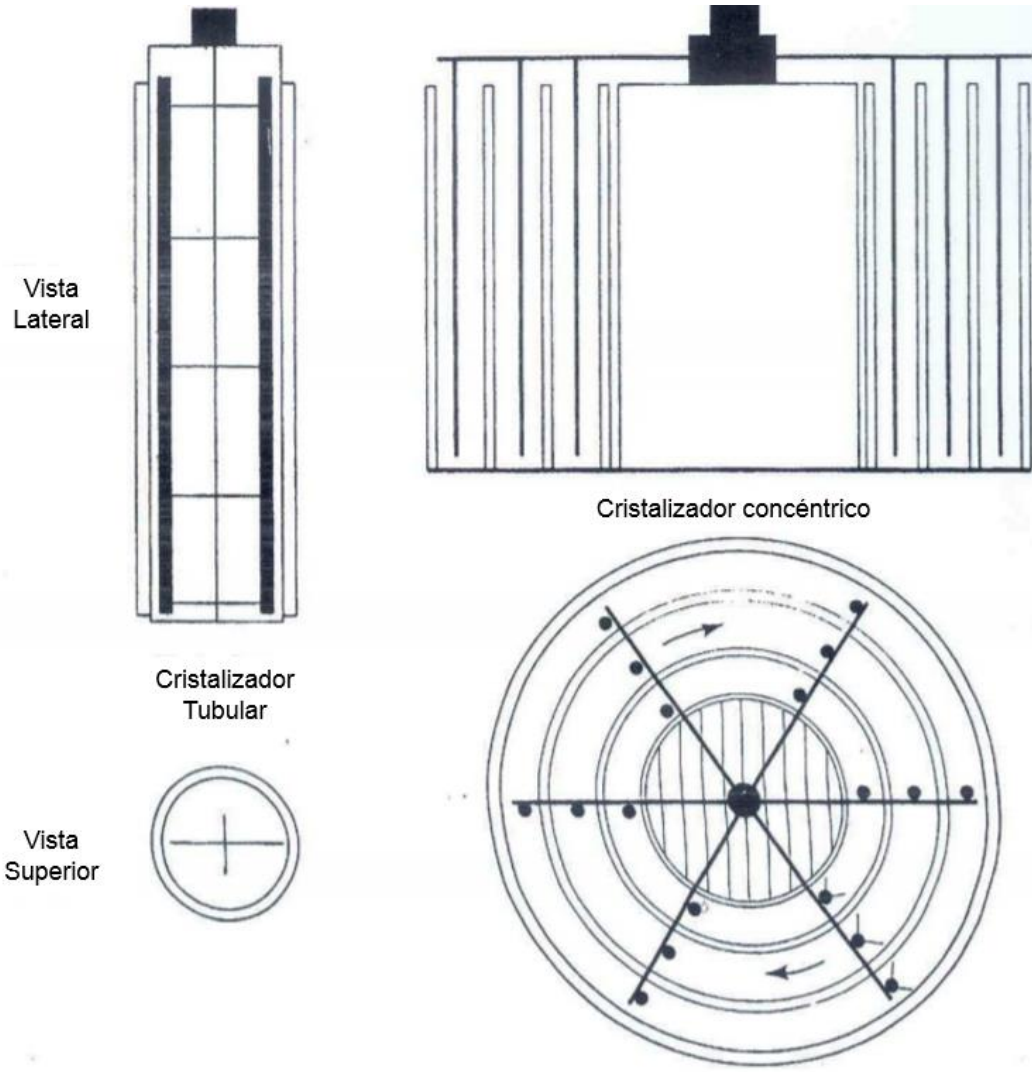


El diseño del agitador y de cristizador se hizo con la intención de simular el dimensionamiento y la geometría de un cristizador tubular utilizado a nivel industrial (Ilustración 18) con una chaqueta de enfriamiento que lo rodee para garantizar un enfriamiento de 1 a 3°C/h, que es lo recomendado.<sup>50</sup> El diseño del cristizador utilizado a nivel laboratorio se puede ver en la ilustración 19 con sus dimensiones.

---

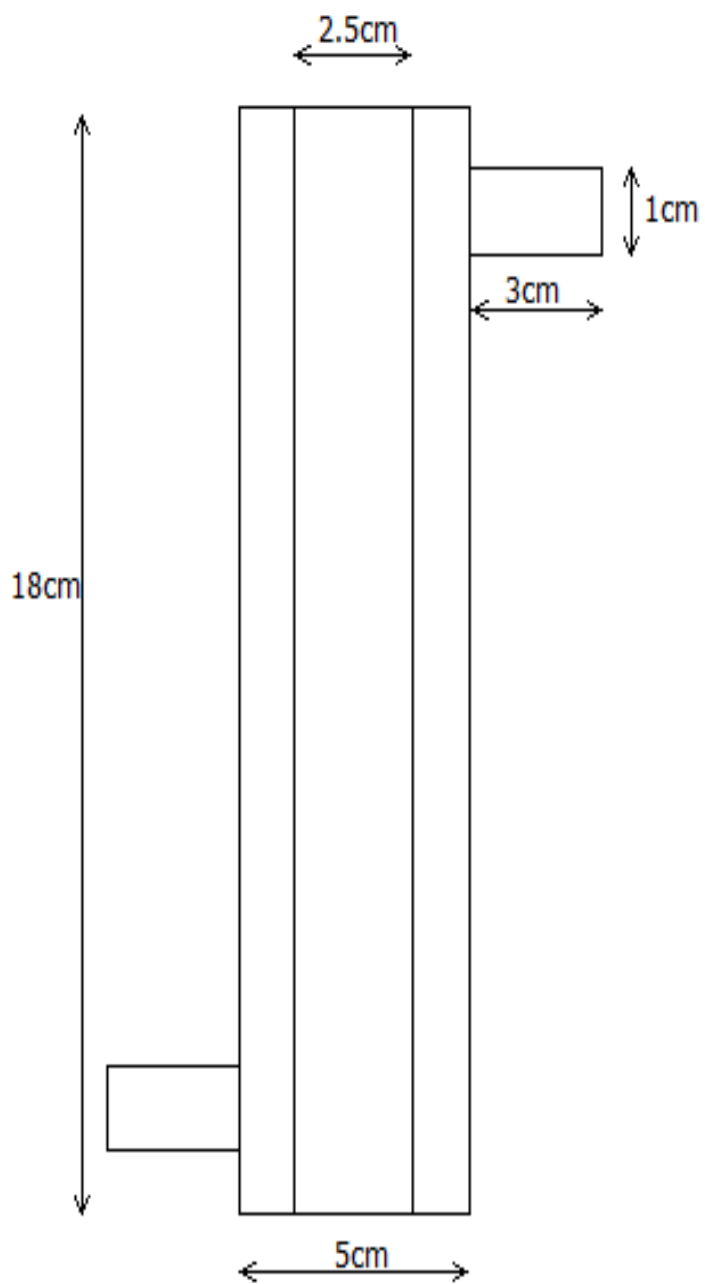
<sup>50</sup> TIMMS, Op cit, p.207

**Ilustración 18.** Diseño cristalizadores industriales según KELLENS<sup>51</sup> (Tubular y concéntrico)



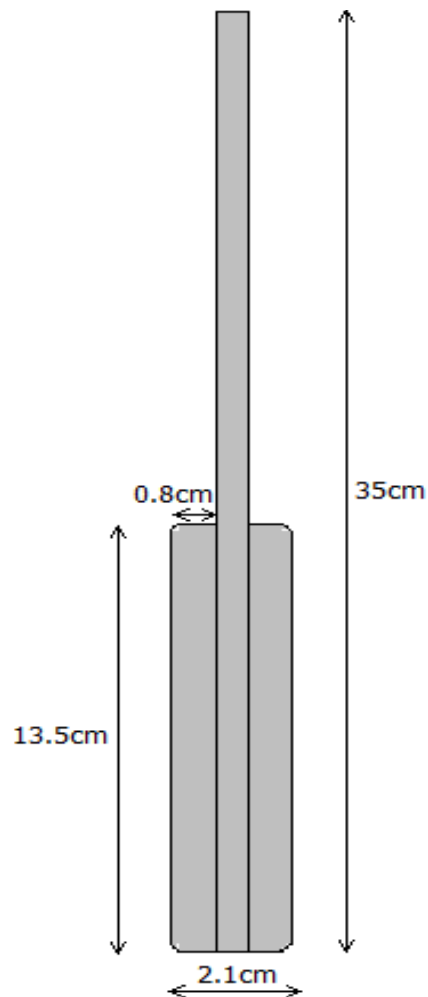
<sup>51</sup> KELLENS M. Developments in fractionation technology. Citado por. Ralph E. Timms. Fracttionation. En: FRANK D. GUNSTONE y FRED B. PADLEY. Lipid technologies and applications. MARCEL DEKKER, INC. New York.1997. p 208

**Ilustración 19.** Bosquejo del cristizador encaquetado con sus dimensiones



El agitador metálico en acero inoxidable fue fabricado por los experimentadores con el fin de diseñar un agitador que simule al agitador que se utiliza en la planta de SIGRA S.A. a nivel industrial. El agitador cuenta con dos aletas como se puede ver en la Ilustración 20 que giran al borde de las paredes del cristalizador encaquetado, removiendo la grasa, el cual interviene en la cristalización de la mezcla al modificar su velocidad.

**Ilustración 20.** Bosquejo del agitador metálico con sus dimensiones



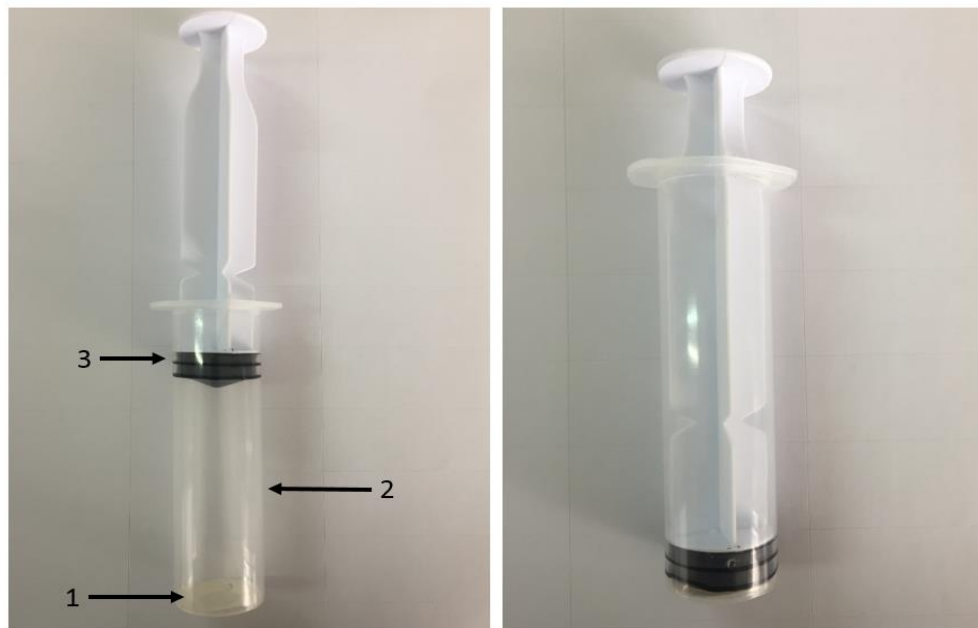
En esta corrida de experimentos, la separación mediante vacío no fue suficiente para separar las dos fases (sólida y líquida) por lo que se elaboró un sistema de separación que simulara un filtro prensa. En la Ilustración 21 se muestra el sistema empleado para la separación del producto de cristalización, el cual cuenta con las siguientes partes.

1. Filtro instalado en la parte inferior que retiene la pasta sólida y deja pasar la fracción líquida.
2. Espacio libre en donde se adiciona el producto de cristalización.
3. Embolo que genera el empuje hacia abajo, y la presión a la que será sometida la mezcla grasa cristalizada.

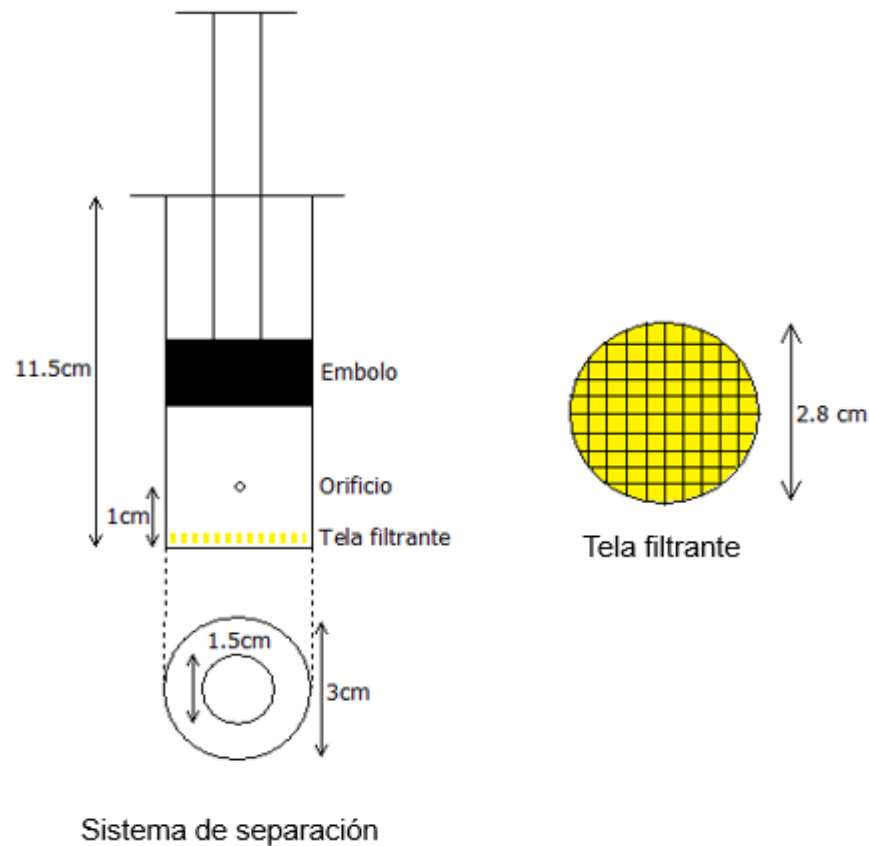
La separación después de la cristalización también es necesaria para reducir el aceite atrapado en la fracción sólida final. Con el diseño del método de separación se busca garantizar un aumento en la presión que garantiza que el producto de cristalización sea exprimido.

En este orden de ideas se simula un filtro prensa con el fin de separar la parte sólida de la líquida mediante una tela filtrante y una fuerza mecánica. El filtro prensa mostrado en la Ilustración 21, fue fabricado con una jeringa de 50 ml estándar y sus medidas se muestran en la Ilustración 22. Se hizo un orificio en la parte inferior de tal manera que la fracción líquida atravesara la tela filtrante dejándola caer al vacío mientras que el sólido quedara atrapado en el filtro mediante un empuje desde la parte superior.

**Ilustración 21.** Sistema de separación



**Ilustración 22.** Bosquejo del sistema de separación con sus dimensiones



**Nota.** La tela filtrante es la misma que usa SIGRA S.A en el proceso de separación para obtener oleína y estearina de palma.

Los experimentos descritos en el cuadro 11 se consideran ensayos preliminares que sirvieron para validar el funcionamiento del montaje fabricado y que permitieron observar el patrón del comportamiento de la mezcla grasa durante el fraccionamiento en seco y establecer un momento de separación en donde visualmente se aprecien cristales en suspensión.

Las rampas de temperatura de los ensayos preliminares en el cristizador enchaquetado (Gráfica 4 a Gráfica 9) se fijaron con base a las utilizadas anteriormente en las cámaras climáticas, pero generando variaciones en el intervalo de tiempo donde se realiza el enfriamiento para observar los resultados y el comportamiento de la mezcla grasa en el cristizador.

**Cuadro 11.** Descripción de los ensayos en el cristalizador enchaquetado

	<b>Separación</b>	<b>Observaciones</b>
1	No hubo	Al bajar hasta 19.5°C y mantener esta temperatura por 14 horas se obtiene una sola fase, sólida y dura que no tiene un color uniforme y que quedó adherida casi en su totalidad al agitador metálico.
2	No hubo	Se asume que a 24°C la mezcla no tendrá la tendencia a solidificarse que tuvo en el ensayo 1, sin embargo, se obtiene una grasa sólida, pero en comparación con la anterior es más blanda y esparcible.
3	No hubo	Se decide bajar la temperatura a una tasa de 2°C/h desde 30 a 24°C, y luego aumentar la temperatura hasta 26°C. El resultado obtenido luego de 14 h a esta temperatura final es una grasa semiblanda.
4	No hubo	Se prueba 28°C como temperatura final de fraccionamiento y se concluye que ya es una temperatura muy alta para cristalizar triglicéridos en la mezcla grasa, ya que al final de la rampa la mezcla es líquida y viscosa.
5	Si hubo	Se decide separar cuando se visualiza una mezcla viscosa y opaca. El perfil de TAG's de muestra una mayor concentración del POO y el SOO en la fase líquida que en la fase sólida. También muestra una presencia del POS del 14% mayor en la fase sólida que en la líquida, lo que indica que hubo cristalización de este triglicérido.
6	Si hubo	Se separa bajo el mismo criterio del ensayo anterior. Esta vez se fijan varias temperaturas en escala descendente de enfriamiento para agilizar la cristalización. Y se obtiene unas cantidades considerables de SOO y del grupo de "otros" triglicéridos en la fracción sólida, por lo que se concluye que la bajada de temperatura hasta 20°C favorece la formación y crecimiento de cristales no deseados.

En la selección de variables significativas para el proceso de separación de TAG, se confirma teóricamente y experimentalmente la importancia de cada una de ellas: temperatura, tiempo y agitación. La temperatura y el tiempo cumplen un papel importante en la nucleación, en la formación y crecimiento de cristales. Dado caso se pudo observar en el fraccionamiento con cámara de clima constante hpp110, porque el ensayo 6 tuvo una tasa de enfriamiento más lenta y en mayor tiempo que el ensayo 5 en la temperatura final, 19.5 °C (ver cuadro 9).



Como resultado (ver Ilustración 12), en el ensayo 6 se pudo obtener una buena separación de las dos fases (líquida y sólida).

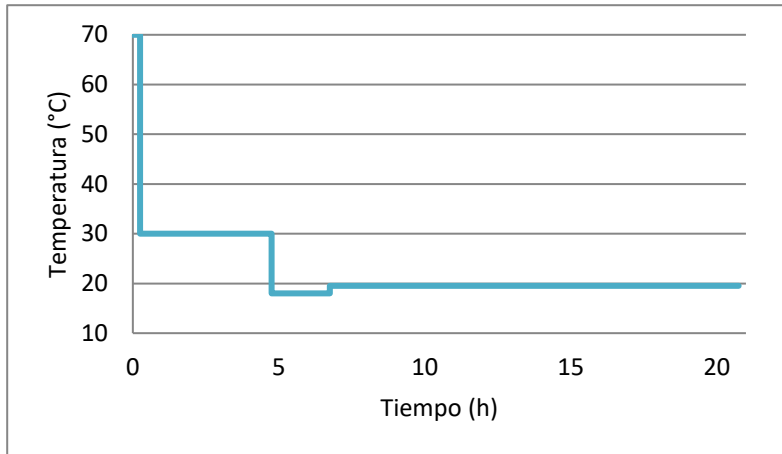
La importancia de estas variables se ve reflejada físicamente por la forma de cristalizar y por la separación de TAG deseados que conforman la manteca de cacao. En el ensayo 6 de la cámara climática, el POO muestra una concentración mayor en la fracción líquida y menor en la sólida a comparación de la mezcla inicial, es decir, hubo un desplazamiento a la fase líquida de uno de los TAG que no es deseable.

Debido a que en la cámara no se podía acondicionar un agitador y sabiendo la importancia de aquella variable en la teoría, se optó por estudiar la agitación. Para esto, fue necesario realizar un montaje donde se pudiera incluir un agitador (ver Ilustración 17). En el cristalizador enchaquetado, con la agitación, se observó que aumento la nucleación en menor tiempo que con la cámara constante hpp110, confirmando que la agitación aumenta la transferencia de calor y por ende disminuye el tiempo de cristalización.

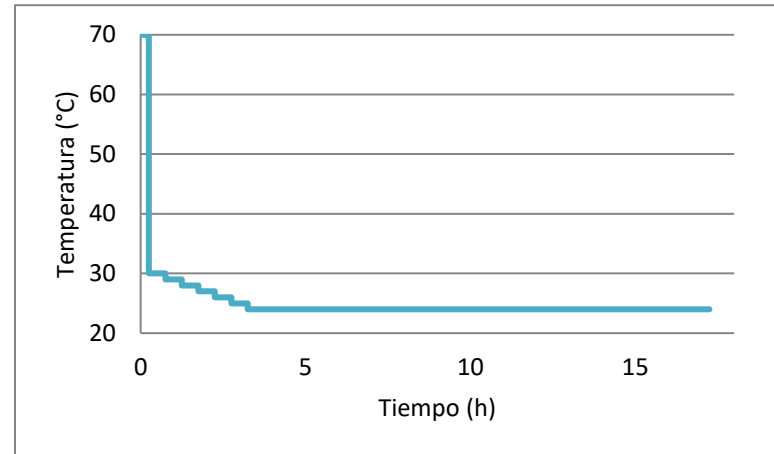
Se sabe por experimentación que la nucleación de la mezcla grasa empieza a partir de una bajada gradualmente de 30 hasta 24 °C en las dos corridas de experimentos (cámara climática y cristalizador enchaquetado), pero en diferente tiempo debido a la agitación. Sin embargo, la temperatura final, (que es donde se aglomeran) en la cámara es más baja que la del cristalizador enchaquetado. Esto se debe principalmente por la agitación y por el área de transferencia de calor porque a mayor área de transferencia, el calor se disipa más en la mezcla grasa y asegura una homogeneidad de la temperatura; Contrario a la cámara que el área de transferencia del recipiente que la contiene es menor que el cristalizador y sin agitación por lo que requería de temperaturas más bajas para que hubiera una cristalización.

Por otro lado, la Tabla 11 recoge los datos relativos al punto de fusión, índice yodo y rendimiento de cada una de las fracciones. El rendimiento se ve favorecido en la fracción líquida por la dificultad de separar las fracciones dando como resultado un mayor rendimiento para la fracción líquida en el ensayo 6. Respecto al punto de fusión no hay mayor diferencia de las fracciones por la presencia elevada de “otros” TAG’s especialmente en la fracción sólida que puede afectar dicha propiedad física. No obstante, en el índice de yodo se ve una diferencia relevante entre las fracciones y esto se debe a que hay una mayor presencia de TAG’s del tipo POO que se desplazó a la fracción líquida especialmente en el ensayo 5 donde se nota una diferencia de +- 12 IV.

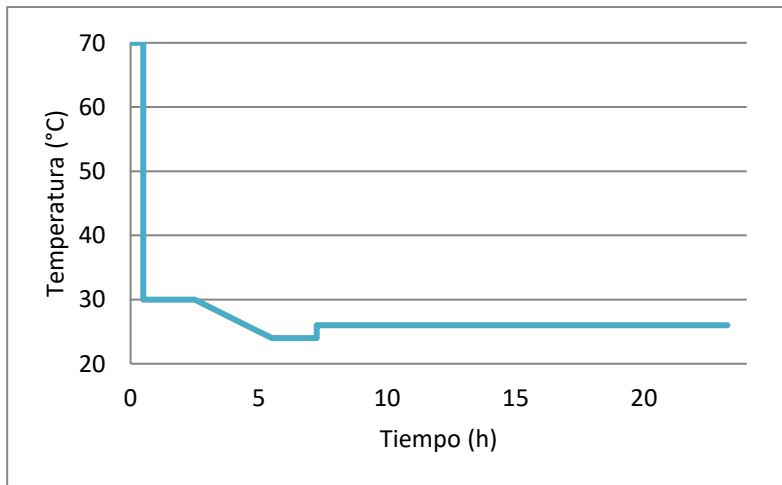
**Gráfica 4.** Rampa del ensayo 1



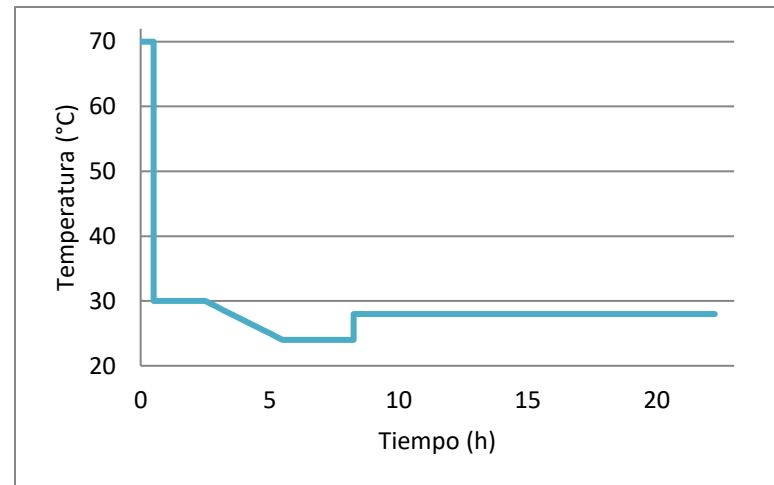
**Gráfica 5.** Rampa del ensayo 2



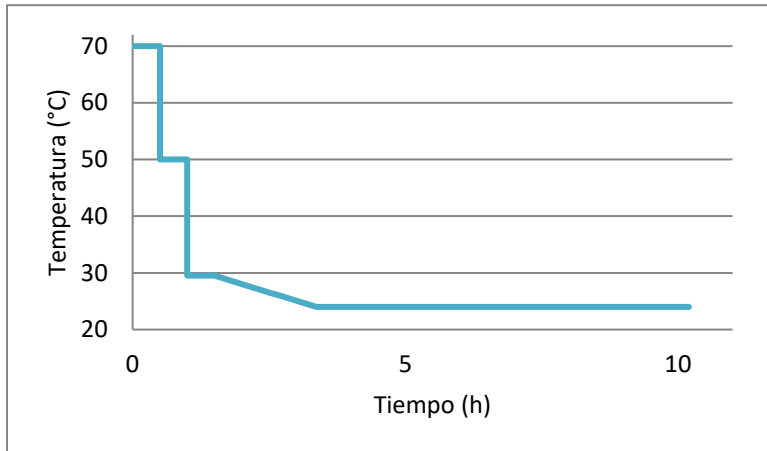
**Gráfica 6.** Rampa del ensayo 3



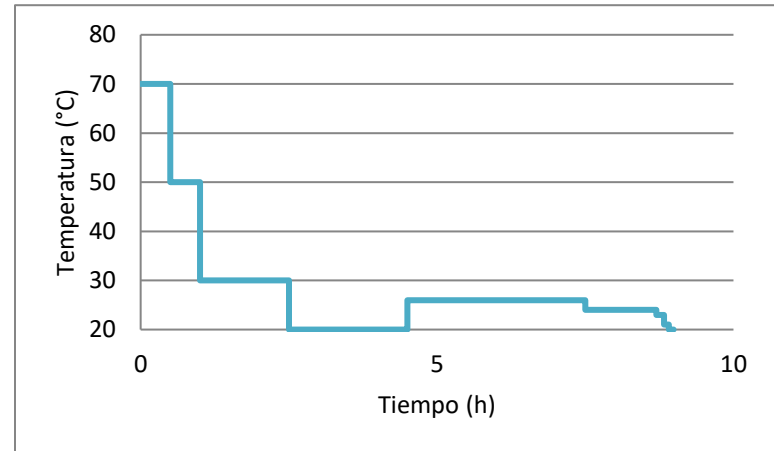
**Gráfica 7.** Rampa del ensayo 4



**Gráfica 8.** Rampa del ensayo 5



**Gráfica 9.** Rampa el ensayo 6



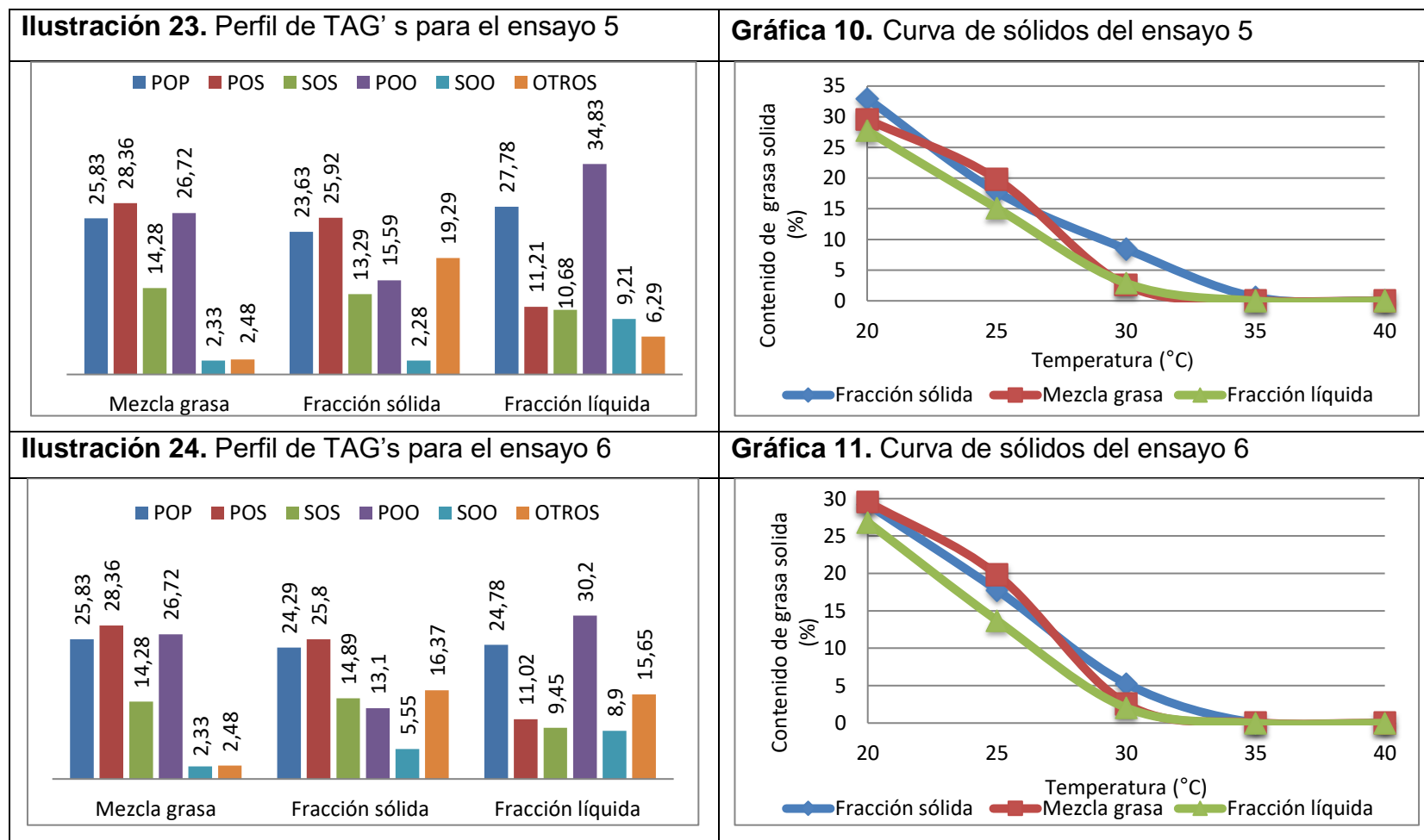
**Tabla 10.** Tiempo total y temperatura final de los ensayos preliminares en el cristalizador enchaquetado

<b>Ensayo</b>	<b>Tiempo total (h)</b>	<b>Temperatura final (°C)</b>
1	20.75	26
2	17.25	24
3	23.25	26
4	22.25	28
5	10.20	24
6	9,00	20

**Tabla 11.** Propiedades físicas y químicas de las fracciones para los ensayos 5 y 6

<b>Ensayo</b>	<b>Fracción sólida</b>			<b>Fracción líquida</b>		
	<b>Rendimiento %</b>	<b>IV</b>	<b>Pf (°C)</b>	<b>Rendimiento %</b>	<b>IV</b>	<b>Pf (°C)</b>
5	2,67	33,38	28	-	45,33	27
6	19,76	45,25	27	39,35	49,76	26

**Tabla 12.** Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos 5 y 6



Después de estos ensayos se hacen las siguientes recomendaciones para el cristizador enchaquetado:

- Con la experimentación se logra establecer que cada fraccionamiento cuenta con un intervalo de tiempo donde es posible la separación y cuyos extremos representan el avance mínimo y máximo de cristalización.
- De la experimentación se observó que la agitación es muy importante para asegurar la homogeneidad de la mezcla, lo que implica una disminución del tiempo de cristalización debido a que hay una mejor transferencia de calor.
- En el fraccionamiento, la rampa se dejaba 14 horas durante la noche y dependiendo de la temperatura final se obtenía una sola fase y por lo tanto no había separación. Esta fase fue sólida en los ensayos 1, 2 y 3 y fue líquida en el ensayo 4. Por lo anterior, se recomienda hacer un seguimiento durante esas 14 horas para determinar en qué momento o en qué tiempo se debe separar.
- De la experimentación de todos los fraccionamientos en seco, se pudo deducir que la temperatura de 24°C por 3 horas es clave para el crecimiento de cristal. De ahí depende la temperatura final y el tiempo necesario para aglomerar los cristales y obtener una buena separación de las dos fases (líquida y sólida). Por último, el rango de temperaturas final a evaluar debe oscilar entre 24 y 28°C, siguiendo el procedimiento de los ensayos descritos en el cuadro 11.

### 3. CONDICIONES DE OPERACIÓN

En esta sección se busca evaluar si al variar las condiciones de avance de cristalización, temperatura y agitación en dos sets experimentales que combinan las variables por parejas, (Temperatura y avance de cristalización; agitación y avance de cristalización) se genera la separación entre los TAG's de tipo monoinsaturado-disaturado de los monosaturados-diinsaturados mediante cristalización fraccionada, generando dos fracciones con propiedades físicas y químicas diferentes para obtener un equivalente de manteca de cacao.

Se quiere obtener una fracción sólida rica en ( $S_2I$ ) con un mayor punto de fusión y menor índice de yodo que la mezcla grasa inicial (26°C y 47, datos registrados en la Tabla 4). Por consiguiente, se quiere obtener una fracción líquida con menor punto de fusión y mayor índice de yodo que los mencionados anteriormente. De este modo la fracción considerada CBE sería la sólida dependiendo de su composición en POP, POS y SOS y la similitud de sus propiedades con las de la MC.

Por lo anterior, la hipótesis planteada resulta ser que: al someter la mezcla grasa a un fraccionamiento en seco bajo condiciones establecidas se podrán separar los triglicéridos de interés del resto de la mezcla y se obtendrá una fracción cuya composición es similar a la manteca de cacao y podría ser considerada como CBE. Las condiciones establecidas son:

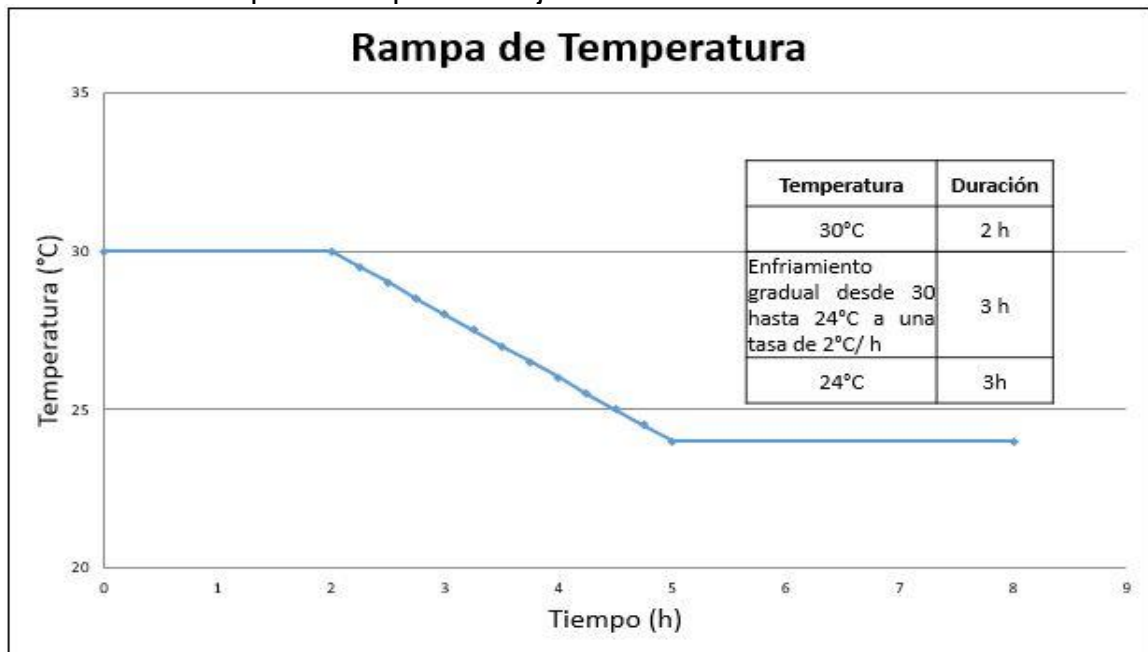
- Enfriamiento desde 30 a 24°C, variando la temperatura final del procedimiento entre 24, 25 y 26°C, evaluando los resultados en los momentos máximo y mínimo de separación. (Agitación constante de 20 rpm)
- Enfriamiento desde 30 a 24°C, variando el nivel de agitación durante todo el proceso (0, 10, 20 y 30 rpm) y evaluando los resultados en los momentos máximo y mínimo de separación. (Temperatura final constante de 24°C)

Con el fin de reducir el número de variables en el diseño experimental, la evaluación se enfoca en la etapa de aglomeración de los cristales ya que a partir de los ensayos preliminares se considera que es la etapa más susceptible a variaciones de temperatura y avance de cristalización. Se observó que en esta etapa es donde se forma la consistencia de los cristales que definirá si estos son lo suficientemente estables para soportar la fuerza generada en la separación y además es la etapa donde la mezcla grasa tiene el cambio que más fácil se puede apreciar a la vista, porque hay un cambio de color y un cambio en la consistencia. Esto no quiere decir que se consideren menos importantes las otras etapas de la cristalización (Nucleación y crecimiento) porque se sabe que sobre estas etapas también inciden condiciones de proceso que podrían generar un cambio en la composición final de triglicéridos de las fracciones.

Se establece un procedimiento fijo, el cual inicia con el rompimiento de la memoria de cristal dejando la mezcla a 70°C con una agitación entre 875-1000 rpm durante media hora para asegurar la homogeneidad. El punto de partida de la rampa de enfriamiento es 30°C porque es el punto de fusión de la manteca de cacao de referencia y porque se busca un compuesto con características físicas y químicas equivalentes. El transcurso de dos horas bajo esta temperatura es para asegurar que todo el contenido del cristizador se encuentre a una temperatura uniforme. Se espera que con enfriamiento gradual a una tasa de 2°C/h desde 30°C hasta 24°C se genere la nucleación y comience la formación de cristales. Por último, se espera que durante 3 horas y 24°C genere las condiciones favorables para que se dé la aglomeración. De este modo se considera “temperatura final” aquella que se ajuste después de este último lapso a 24°C. La Gráfica 12 representa lo dicho anteriormente sin incluir la temperatura final de la rampa.

En cuanto al segundo set, se maneja la misma rampa de temperatura mencionada anteriormente esperando los avances mínimos y máximos de cristalización a 24°C, pero se varía la velocidad de agitación de todo el fraccionamiento a 0, 10, 20 y 30 rpm.

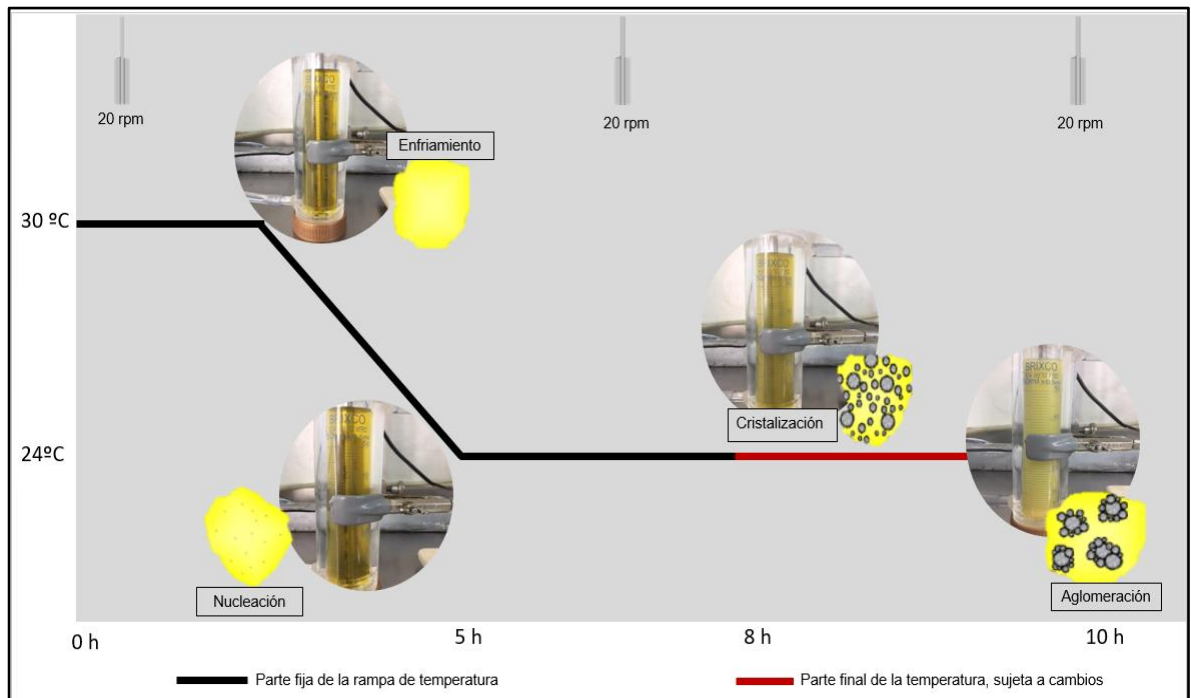
**Gráfica 12.** Rampa de temperatura fija



La descripción a nivel molecular de lo que ocurre en el procedimiento de cristalización fraccionada diseñado a nivel laboratorio se evidencia en la Ilustración 25. Se quiere hacer énfasis en el cambio de color que sufre la mezcla grasa en el transcurso del tiempo y que es un procedimiento que puede tomar hasta 10 horas por experimento.



**Ilustración 25.** Descripción a nivel molecular del procedimiento de cristalización fraccionada diseñado a nivel laboratorio



Respecto al análisis estadístico, se pretendió hacer un diseño factorial  $3^3$  que analizara todas las posibles interacciones entre estas tres variables (temperatura, avance de cristalización y agitación). No fue posible realizar este modelo porque contiene puntos de diseño que no garantizan la obtención de dos fases. Entonces se planea hacer experimentos por parejas de variables para evaluar la relación entre ellas (Temperatura vs tiempo y rpm vs tiempo). Una vez más se planea un diseño factorial  $3^2$  para cada pareja y nuevamente se tienen experimentos que no garantizan la formación de dos fases. Es por esto que se decide cambiar la variable de tiempo por una variable que asegure la formación de estas dos fases. Esta variable es llamada avance de cristalización y describe el momento donde comienzan a aparecer dos fases que pudiesen ser separadas con el montaje experimental. Esto ocurre porque el avance de cristalización es una variable que describe categóricamente el momento donde es posible realizar la separación.

Se plantean dos límites para el avance de cristalización donde el mínimo representa a partir de qué momento es posible separar; y el máximo representa hasta qué momento se puede separar, convirtiendo el avance de cristalización en una medida indirecta del tiempo.

Se diseñan dos sets de experimentos que permiten estudiar lo siguiente:

1. El primer set busca evaluar la interacción entre la temperatura y el avance de cristalización, variando las temperaturas finales de la rampa y separando en los dos límites de avance de cristalización. La agitación en este caso se mantiene

constante a 20 rpm. Las combinaciones del diseño experimental se describen en el Cuadro 12. Se realizaron 6 experimentos y dos replicas a la temperatura intermedia. Pero debido a fallas técnicas en el cromatógrafo de gases de SIGRA S.A., solo se pudo realizar análisis de perfil de TAG's a las 6 muestras del modelo experimental.

**Cuadro 12.** Temperaturas y avances de cristalización del diseño de experimentos

<b>Ensayo No.</b>	<b>Temperatura de fraccionamiento (°C)</b>	<b>Avance de cristalización</b>
1 S1	24	Máximo
2 S1		Mínimo
3 S1	25	Máximo
4 S1		Mínimo
5 S1	26	Máximo
6 S1		Mínimo
<b>R1 S1</b>	25	Máximo
<b>R2 S1</b>		Mínimo

2. El segundo set busca evaluar la interacción entre la agitación y el avance de cristalización, variando las revoluciones por minuto a las que gira el agitador durante todo el procedimiento y separando en los dos momentos de avance de cristalización para cada una de ellas. Las combinaciones se describen el Cuadro 13, para un total de 8 experimentos y una réplica de agitación intermedia de los cuales solo se caracterizaron los 8 experimentos debido a problemas con el cromatógrafo de SIGRA S.A. El efecto del cambio de la agitación se evalúa a 24°C como temperatura final de la rampa y a cuatro niveles de agitación (0, 10, 20 y 30 rpm).

**Cuadro 13.** RPM del diseño de experimentos

Ensayo No.	Agitación (rpm)	Avance de cristalización
1 S2	0	Máximo
2 S2		Mínimo
3 S2	10	Máximo
4 S2		Mínimo
5 S2	20*	Máximo
6 S2		Mínimo
7 S2	30	Máximo
8 S2		Mínimo
<b>R1 S2</b>	20	Máximo

**Nota.** El ensayo 5 y 6 del segundo set son los ensayos 1 y 2 del primer set.

En cada uno de los sets se obtuvieron dos fracciones distintas por experimento, una parte sólida y una líquida. Para un total de veinticuatro muestras a analizar física y químicamente con el fin de comparar las propiedades de cada una con las propiedades iniciales de la mezcla grasa inicial. De este modo, se realizan análisis de punto de fusión, índice de yodo, contenido de grasa sólida y perfil de triglicéridos.

### 3.1 RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN

Los resultados de las pruebas de punto de fusión e índice de yodo (Tabla 13) muestran los siguientes patrones de comportamiento; los cuales eran esperados según la literatura.

- $IV_{\text{FRACCIÓN LÍQUIDA}} > IV_{\text{MEZCLA GRASA}} > IV_{\text{FRACCIÓN SÓLIDA}}$
- $PF_{\text{FRACCIÓN SÓLIDA}} > PF_{\text{MEZCLA GRASA}} > PF_{\text{FRACCIÓN LÍQUIDA}}$

A mayor IV, mayor insaturación de la grasa y generalmente las grasas con menores IV se encuentran sólidas a temperatura ambiente<sup>52</sup>. Esto quiere decir que cada fracción líquida contiene la mayor presencia de insaturaciones y al ser el POO el TAG que más aporta esta condición se puede decir que aquí se concentra más este triglicérido.

El punto de fusión se relaciona con propiedades físicas tales como dureza y comportamiento térmico, este aumenta con la longitud de la cadena carbonada de

<sup>52</sup> VIRTUAL AMRITA LABORATORIES UNIVERSALIZING EDUCATION, Estimation of Iodine value of fats and oils: [Fecha de consulta: 06 de Enero de 2018] Disponible en:<<http://vlab.amrita.edu/?sub=3&brch=63&sim=1111&cnt=1>>

los ácidos grasos del TAG y si se tiene un TAG con el mismo número de carbonos, el mayor punto de fusión lo tendrá el que más saturaciones tenga. Además, esta temperatura también depende de la posición y la formación de los enlaces dobles que generan la insaturación.<sup>53</sup> En este orden de ideas, se ratifica lo que se predice con el IV y es que en la fracción líquida hay mayor presencia de POO, porque es el TAG más insaturado en la mezcla grasa.

La cercanía entre los puntos de fusión de las fracciones líquida y sólida se puede explicar si se asume que durante el proceso de cristalización fraccionada y bajo todas las condiciones del diseño experimental el sistema llegaba a un estado en el cual se observaban cristales suspendidos en una matriz líquida, como se ve en la zona ovalada del diagrama presentado en la Ilustración 6 donde coexisten dos fases a una misma temperatura. Es decir, que para el sistema generado a nivel laboratorio la temperatura de fusión de las fases líquida y sólida es muy cercana porque la zona de coexistencia de dos fases es “estrecha”. Esta no es una comparación exacta porque en primer lugar el diagrama describe el comportamiento de un sistema binario de triglicéridos y en la realidad la mezcla grasa de estudio es una mezcla de muchos de ellos, además la presente investigación no profundiza en temas termodinámicos. Sin embargo, se podría inferir que esta es la razón por la cual son tan cercanos los puntos de fusión entre la fase líquida y sólida de cada ensayo.

El contenido de grasa sólida el cual se representa como un porcentaje de sólidos en función de la temperatura es un análisis importante para la caracterización de las propiedades físicas de una grasa. Las curvas de sólidos son un buen indicador para saber si se logró un fraccionamiento porque se espera que el comportamiento de la mezcla grasa sea diferente al de las fracciones líquida y sólida y a su vez estos dos sean diferentes entre sí, como sucedió en la réplica del fraccionamiento con solventes (Gráfica 2) en donde la primera fracción sólida tiene un 80% de sólidos a 20°C, mientras que la mezcla grasa un 30% aproximadamente, en la misma ilustración se puede observar que todas las grasas analizadas tienen una fusión total a 35°C, sin embargo la F2 (B) y la mezcla grasa estarán semi líquidas en el rango de 20 a 35°C, mientras que la F2 (A) y la manteca de cacao serán sólidas. La bajada pronunciada que se observa entre 25 a 35°C de la manteca de cacao explica su especial comportamiento de fusión al derretirse bruscamente a la temperatura corporal.

Las temperaturas medidas en la curva de sólidos representan diferentes situaciones como temperatura ambiente, paladar y procesos tecnológicos. A nivel general se refleja que tanto la mezcla grasa como la fracción sólida (Con excepción del ensayo 2 (Gráfica 22) del set 2) tienen casi el mismo comportamiento de fusión las cuales se presentan semilíquidas a temperatura ambiente con un 30% porcentaje de sólidos, aproximadamente; además de una bajada pronunciada hasta 35°C,

---

<sup>53</sup> INSTITUTE OF SHORTENING AND EDIBLE OILS. Food Fats and Oils. 9na edición. 1750 New York Avenue, NW, Suite 120 Washington, DC. 2006. 3, p.7

temperatura a la cual se derriten casi por completo. Las fracciones líquidas también muestra este mismo patrón con diferencia que entre 20 y 35°C tienen un porcentaje de sólidos de 10% aproximadamente. (Ver resultados en Tabla 14)

De acuerdo con Joseph Ray<sup>54</sup>, en un estudio donde caracteriza estearinas obtenidas luego del fraccionamiento con acetona al producto de una reacción de acidólisis enzimática entre aceite de girasol y ácidos grasos (Esteárico y palmítico), se obtiene un mayor contenido de sólidos, especialmente entre 35 y 40°C, si se aplica un tratamiento con sílica a la estearina para remover diglicéridos y compuestos polares. Dicho estudio concluye que el tratamiento que se le dio a la estearina después del fraccionamiento pudo haber contribuido a una cristalización más completa hasta la forma polimórfica más estable ( $\beta$ ).

En otra investigación realizada por Sam Huey<sup>55</sup>, se caracterizan oleínas obtenidas del fraccionamiento en seco a un producto de reacción enzimática de un aceite de palma con IV de 62 y se encuentra que con una temperatura de fraccionamiento de 9°C se obtiene un índice de yodo cercano a 62, pero la curva de sólidos de esta oleína es muy diferente al del aceite de palma interesterificado.

De estos dos estudios mencionados se puede decir que el resultado de la curva de sólidos representa el comportamiento físico de la grasa a diferentes temperaturas, pero hay que tener en cuenta que la forma polimórfica que alcanzaron sus triglicéridos influye en este resultado. Por ejemplo, de las oleínas con un índice de yodo cercano al de la grasa que fue fraccionada, pero con una curva de sólidos totalmente diferente se podría decir que a pesar de tener en su composición el mismo grupo de triglicéridos insaturados el cual define el índice de yodo, estos cristalizaron en diferentes formas polimórficas y por esto tienen un comportamiento diferente.

Para el caso de la presente investigación en donde ya se dijo que se obtienen curvas de sólidos similares entre la fracción sólida y la mezcla grasa inicial pero el índice de yodo de una es mayor que el de la otra. Pareciera que a pesar de que se logró retirar cierto contenido de insaturación con el fraccionamiento en seco, no se logró llegar a la forma polimórfica más estable de los triglicéridos.

---

<sup>54</sup> RAY, Joseph. *Et al.* Characterisation of high 1,3-distearoyl-2-oleoyl-sn-glycerol content stearins produced by acidolysis of high oleic sunflower oil with stearic and palmitic acids. En: *European Journal of Lipid Science Technology*. 2014. p. 532-547

<sup>55</sup> HUEY, Sam; HOCK, Chuah Cheng y WAI LIN, Siew. Characterization of low saturation Palm Oil products after continuous enzymatic interesterification and Dry fractionation. En: *Journal of Food Science*. 2009. p.177- 183

**Tabla 13.** Propiedades físicas y químicas de las fracciones para los ensayos del primer y segundo set

Ensayo	Duración del proceso (h)	FRACCIÓN SÓLIDA			FRACCIÓN LÍQUIDA		
		Rendimiento %	IV	Pf (°C)	Rendimiento %	IV	Pf (°C)
1 S1	12,42	49,82	45,33	26	29,54	47,81	25
2 S1	11,70	32,16	48,27	26	31,16	49,35	25
3 S1	15,36	32,20	46,60	26	14,28	44,27	26
4 S1	14,10	17,16	44,03	27	36,76	47,35	26
5 S1	16,50	14,40	47,90	26	53,94	47,52	26
6 S1	16,16	25,00	48,00	27	47,20	45,93	26
R1 S1	14,58	42,88	46,82	28	14,74	45,78	25
R2 S1	14,25	5,64	43,90	27	60,08	45,37	26
1 S2	97,75	1,14	36,24	44	79,38	49,74	26
2 S2	73,92	4,68	38,87	37	90,52	48,83	25
3 S2	14,16	41,56	48,00	27	18,38	49,84	25
4 S2	11,50	44,10	47,42	28	11,00	50,74	24
5 S2	12,42	49,82	45,33	26	53,94	47,52	26
6 S2	11,70	32,16	48,27	26	47,20	45,93	26
7 S2	11,83	37,96	48,60	27	12,42	50,72	26
8 S2	11,33	35,24	46,56	27	24,96	48,21	26
R1 S2	13,36	45,96	45,98	27	11,82	49,75	26

**Tabla 14.** Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos S1

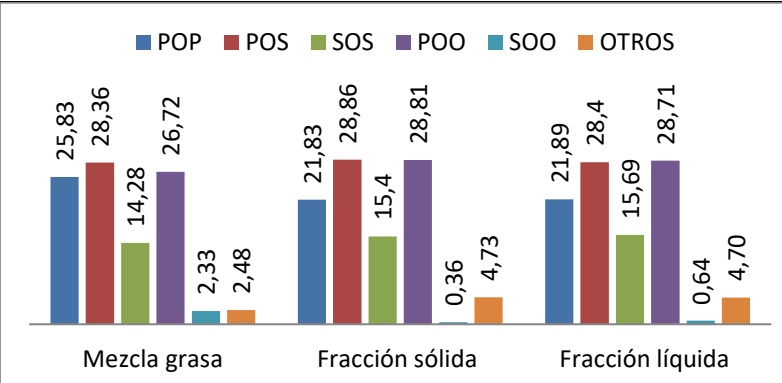
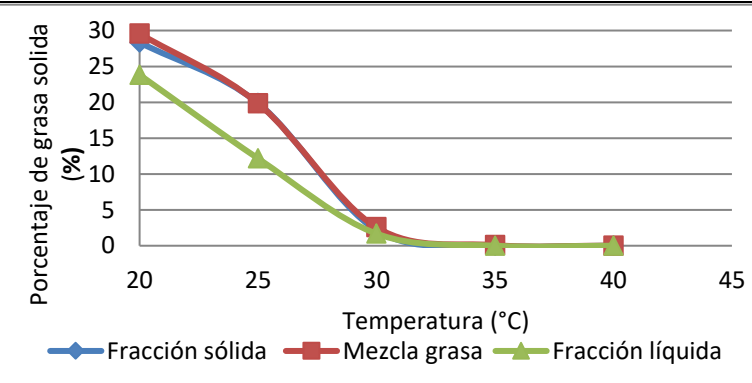
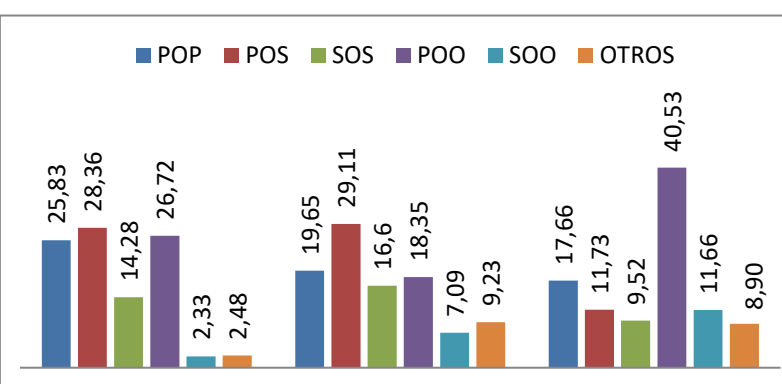
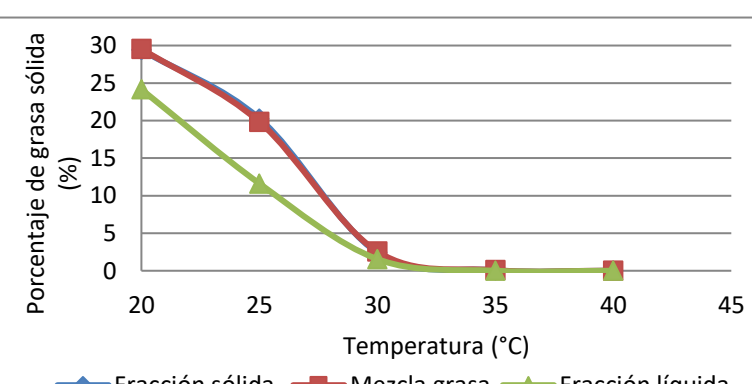
<p><b>Ilustración 26.</b> Perfil de TAG's del ensayo 1 S1</p> 	<p><b>Gráfica 13.</b> Curva de sólidos del ensayo 1 S1</p> 
<p><b>Ilustración 27.</b> Perfil de TAG's del ensayo 2 S1</p> 	<p><b>Gráfica 14.</b> Curva de sólidos del ensayo 2 S1</p> 

Tabla 14. (Continuación)

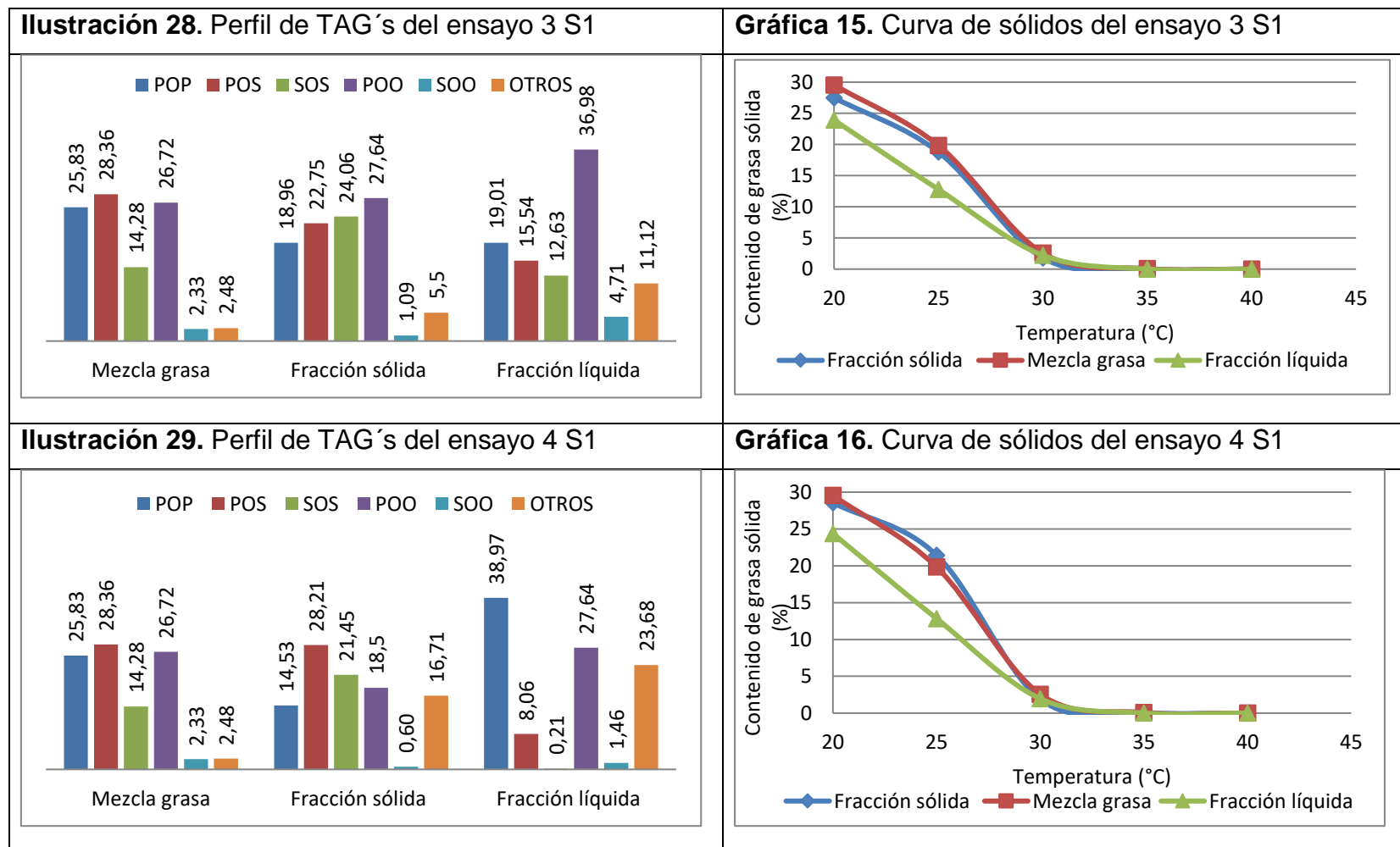




Tabla 14. (Continuación)

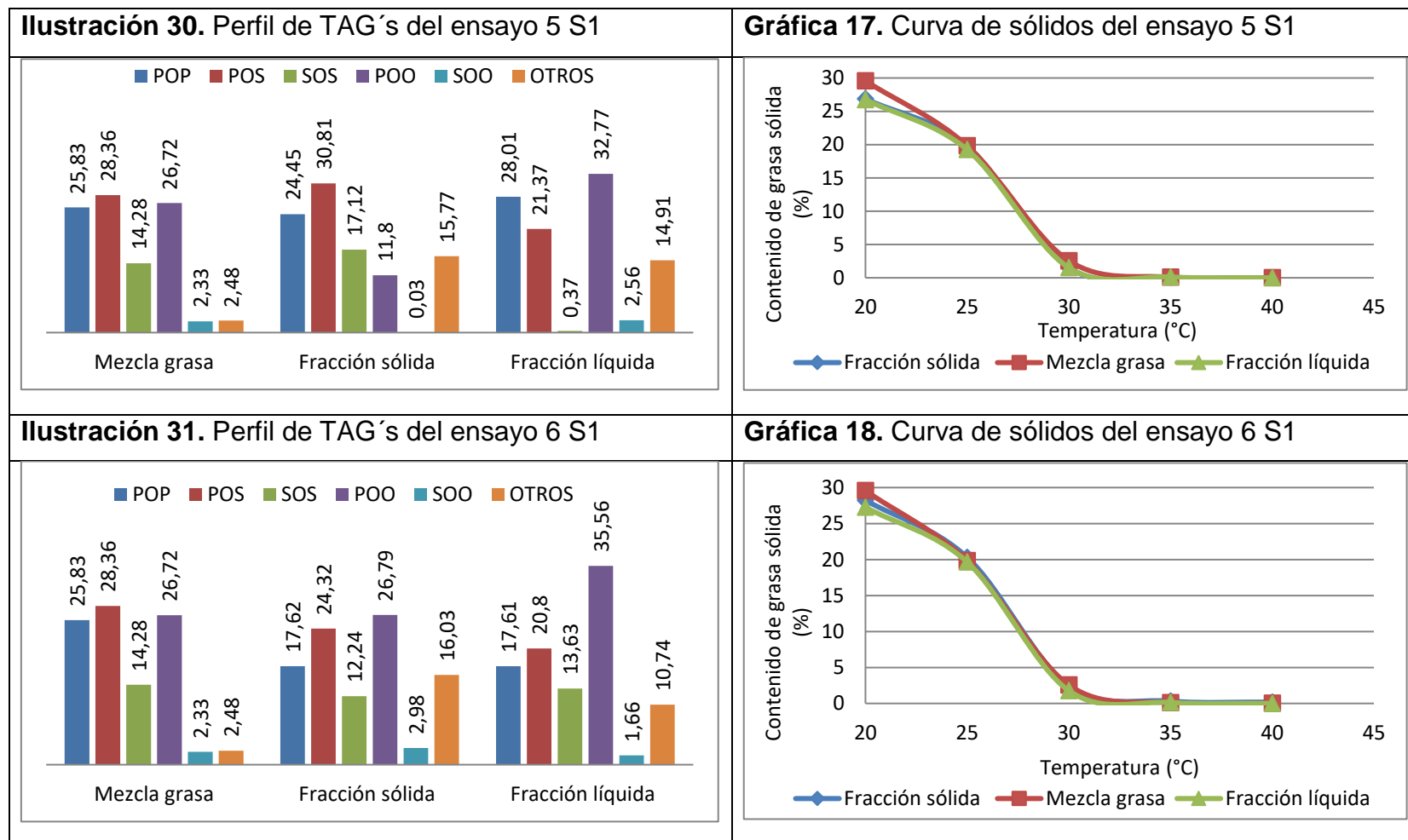
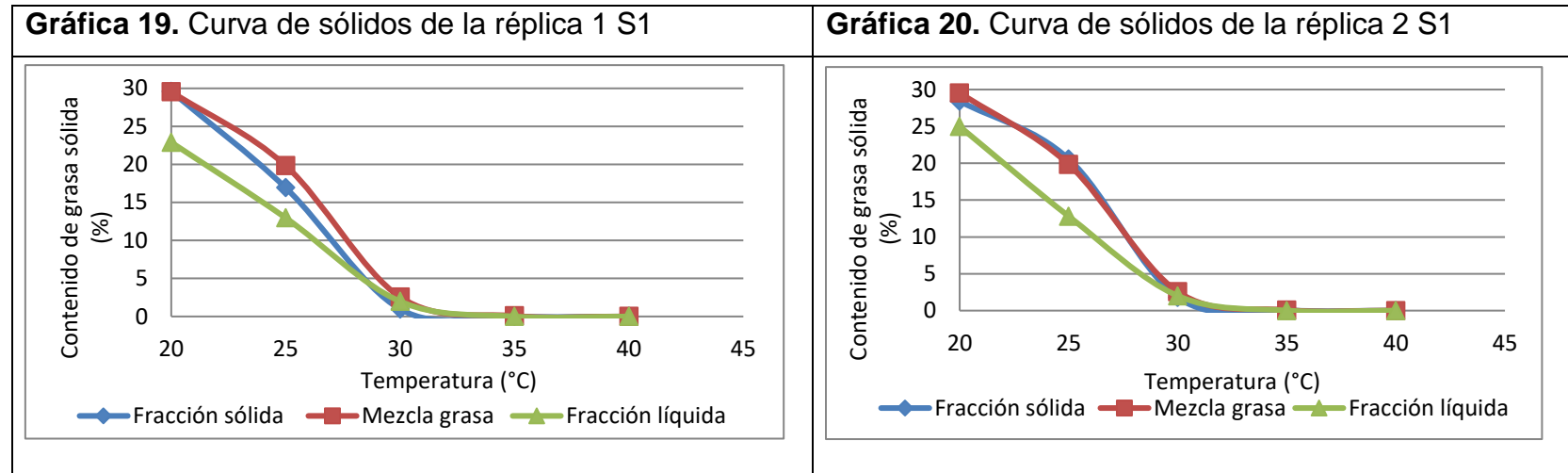


Tabla 14. (Continuación)



**Tabla 15.** Resultados obtenidos de las pruebas de cromatografía y contenido de grasa sólida para los ensayos S2

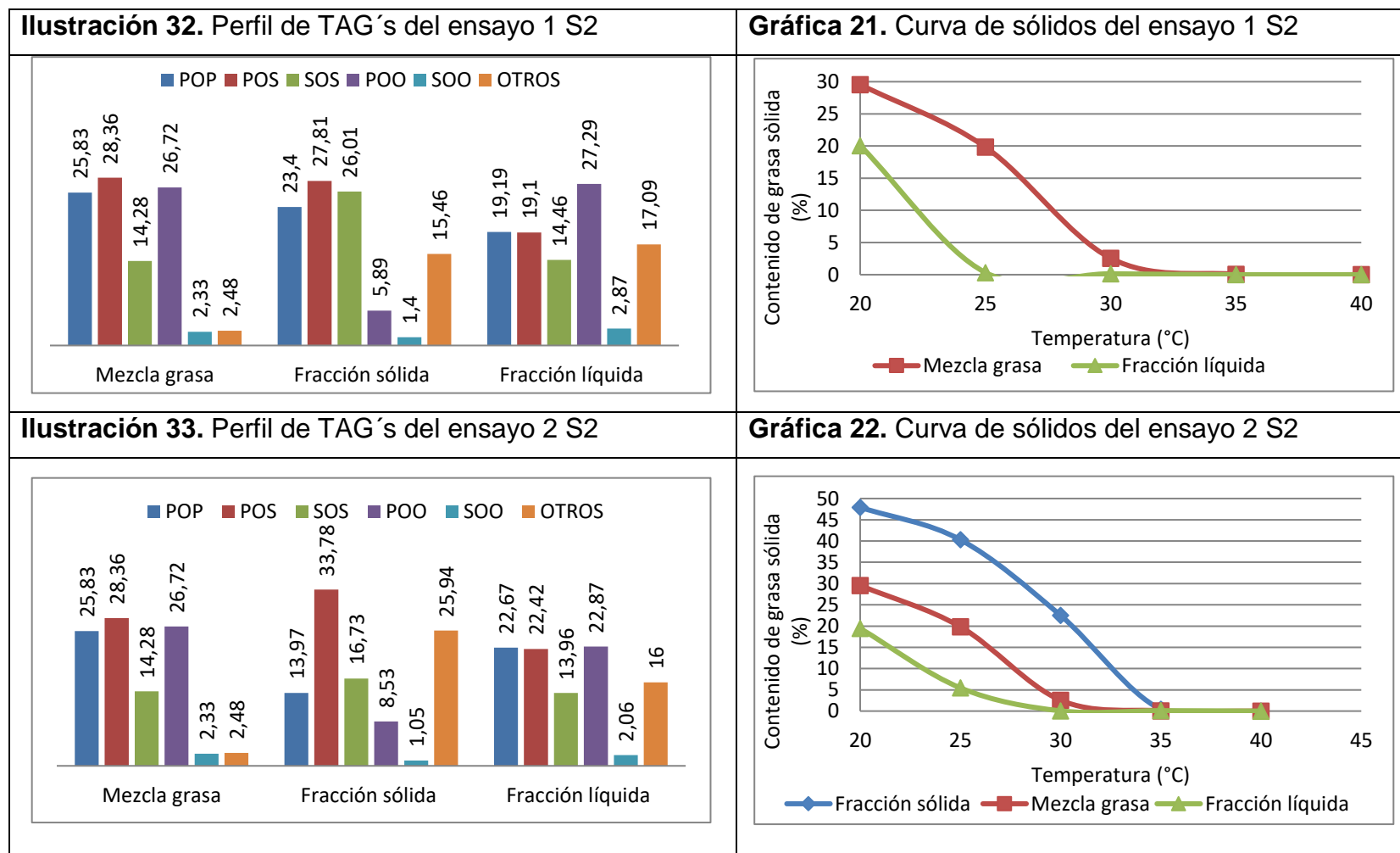


Tabla 15. (Continuación)

<p><b>Ilustración 34.</b> Perfil de TAG's del ensayo 3 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Categoría</th> <th>POP</th> <th>POS</th> <th>SOS</th> <th>POO</th> <th>SOO</th> <th>OTROS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mezcla grasa</td> <td>25,83</td> <td>28,36</td> <td>14,28</td> <td>26,72</td> <td>2,33</td> <td>2,48</td> </tr> <tr> <td>Fracción sólida</td> <td>18,99</td> <td>19,91</td> <td>16,32</td> <td>22,83</td> <td>0,99</td> <td>20,95</td> </tr> <tr> <td>Fracción líquida</td> <td>17,37</td> <td>21,33</td> <td>11,03</td> <td>26,63</td> <td>6,44</td> <td>17,21</td> </tr> </tbody> </table>	Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS	Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48	Fracción sólida	18,99	19,91	16,32	22,83	0,99	20,95	Fracción líquida	17,37	21,33	11,03	26,63	6,44	17,21	<p><b>Gráfica 23.</b> Curva de solidos del ensayo 3 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temperatura (°C)</th> <th>Fracción sólida (%)</th> <th>Mezcla grasa (%)</th> <th>Fracción líquida (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>20</td> <td>30</td> <td>30</td> <td>25</td> </tr> <tr> <td>25</td> <td>18</td> <td>20</td> <td>5</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>3</td> <td>3</td> <td>1</td> </tr> <tr> <td>35</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>40</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)	20	30	30	25	25	18	20	5	30	3	3	1	35	0	0	0	40	0	0	0
Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS																																															
Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48																																															
Fracción sólida	18,99	19,91	16,32	22,83	0,99	20,95																																															
Fracción líquida	17,37	21,33	11,03	26,63	6,44	17,21																																															
Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)																																																		
20	30	30	25																																																		
25	18	20	5																																																		
30	3	3	1																																																		
35	0	0	0																																																		
40	0	0	0																																																		
<p><b>Ilustración 35.</b> Perfil de TAG's del ensayo 4 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Categoría</th> <th>POP</th> <th>POS</th> <th>SOS</th> <th>POO</th> <th>SOO</th> <th>OTROS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mezcla grasa</td> <td>25,83</td> <td>28,36</td> <td>14,28</td> <td>26,72</td> <td>2,33</td> <td>2,48</td> </tr> <tr> <td>Fracción sólida</td> <td>19,06</td> <td>31,75</td> <td>28,8</td> <td>11,6</td> <td>0,16</td> <td>8,64</td> </tr> <tr> <td>Fracción líquida</td> <td>18,64</td> <td>29,5</td> <td>15,96</td> <td>20,48</td> <td>8,01</td> <td>7,42</td> </tr> </tbody> </table>	Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS	Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48	Fracción sólida	19,06	31,75	28,8	11,6	0,16	8,64	Fracción líquida	18,64	29,5	15,96	20,48	8,01	7,42	<p><b>Gráfica 24.</b> Curva de solidos del ensayo 4 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temperatura (°C)</th> <th>Fracción sólida (%)</th> <th>Mezcla grasa (%)</th> <th>Fracción líquida (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>20</td> <td>30</td> <td>30</td> <td>10</td> </tr> <tr> <td>25</td> <td>18</td> <td>20</td> <td>4</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>1</td> <td>3</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>35</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>0</td> </tr> <tr> <td>40</td> <td>0</td> <td>0</td> <td>0</td> </tr> </tbody> </table>	Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)	20	30	30	10	25	18	20	4	30	1	3	0	35	0	0	0	40	0	0	0
Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS																																															
Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48																																															
Fracción sólida	19,06	31,75	28,8	11,6	0,16	8,64																																															
Fracción líquida	18,64	29,5	15,96	20,48	8,01	7,42																																															
Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)																																																		
20	30	30	10																																																		
25	18	20	4																																																		
30	1	3	0																																																		
35	0	0	0																																																		
40	0	0	0																																																		

Tabla 15. (Continuación)

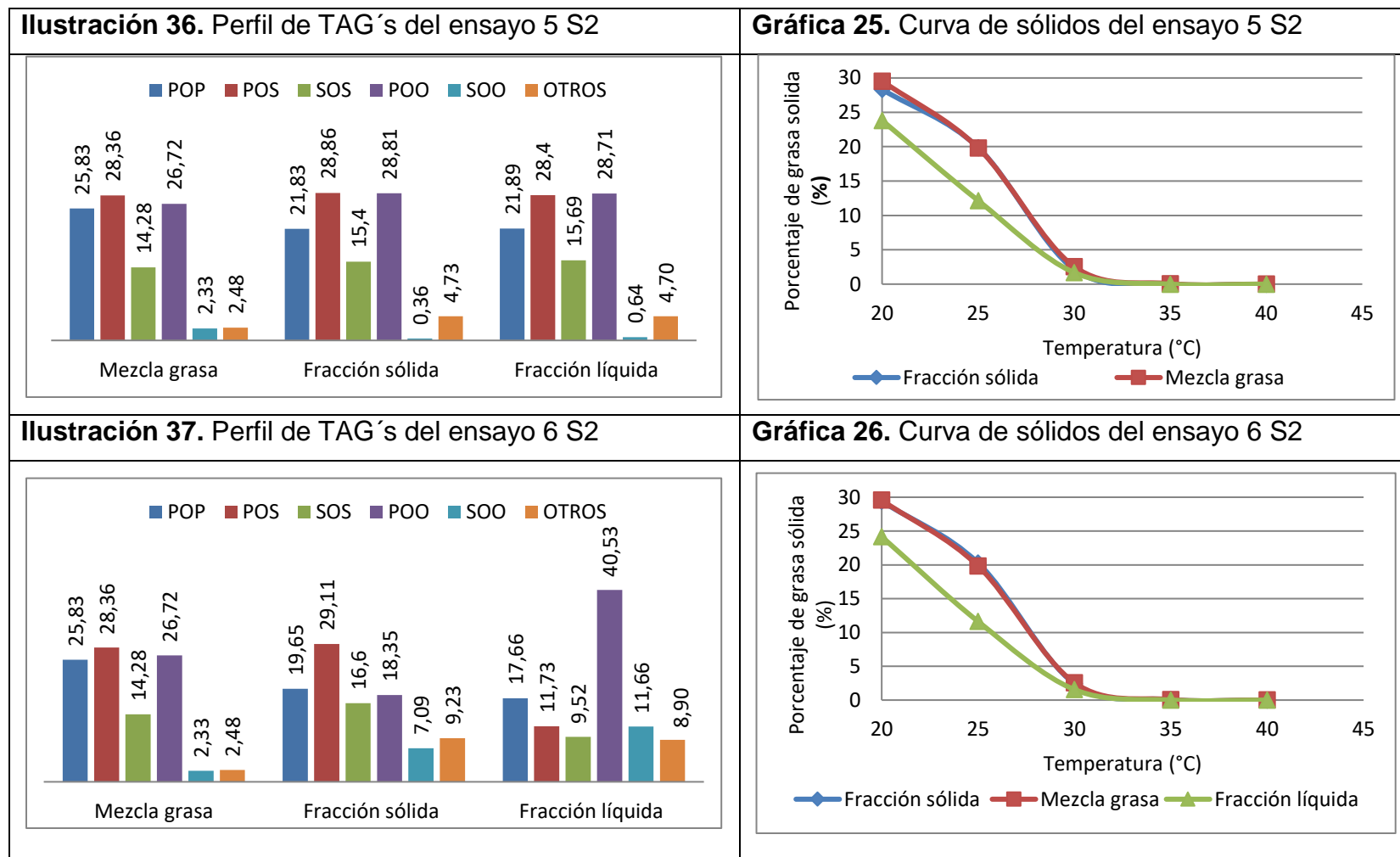
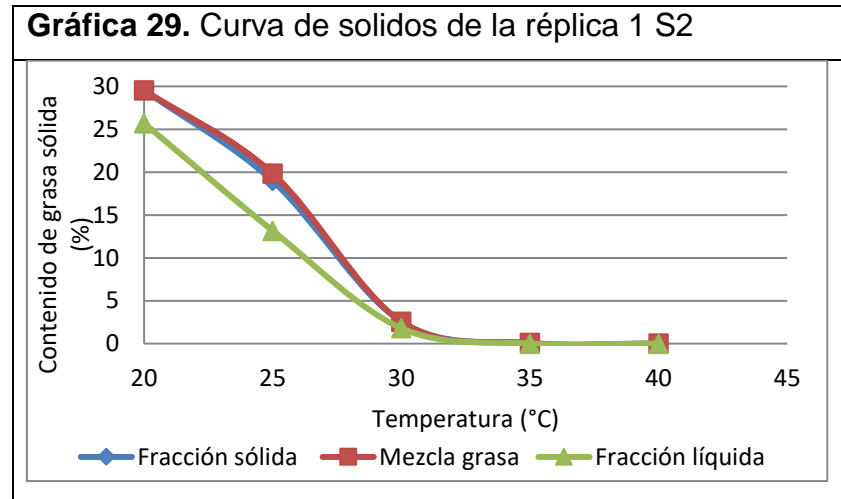


Tabla 15. (Continuación)

<p><b>Ilustración 38.</b> Perfil de TAG's del ensayo 7 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Categoría</th> <th>POP</th> <th>POS</th> <th>SOS</th> <th>POO</th> <th>SOO</th> <th>OTROS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mezcla grasa</td> <td>25,83</td> <td>28,36</td> <td>14,28</td> <td>26,72</td> <td>2,33</td> <td>2,48</td> </tr> <tr> <td>Fracción sólida</td> <td>16,44</td> <td>25,9</td> <td>22,73</td> <td>22,76</td> <td>4,2</td> <td>7,98</td> </tr> <tr> <td>Fracción líquida</td> <td>17,42</td> <td>24,14</td> <td>11,35</td> <td>33,74</td> <td>2,91</td> <td>10,44</td> </tr> </tbody> </table>	Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS	Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48	Fracción sólida	16,44	25,9	22,73	22,76	4,2	7,98	Fracción líquida	17,42	24,14	11,35	33,74	2,91	10,44	<p><b>Gráfica 27.</b> Curva se solidos del ensayo 7 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temperatura (°C)</th> <th>Fracción sólida (%)</th> <th>Mezcla grasa (%)</th> <th>Fracción líquida (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>20</td> <td>28,36</td> <td>30</td> <td>25,83</td> </tr> <tr> <td>25</td> <td>14,28</td> <td>20</td> <td>11,35</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>3,33</td> <td>3,36</td> <td>2,33</td> </tr> <tr> <td>35</td> <td>0,33</td> <td>0,36</td> <td>0,33</td> </tr> <tr> <td>40</td> <td>0,33</td> <td>0,36</td> <td>0,33</td> </tr> </tbody> </table>	Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)	20	28,36	30	25,83	25	14,28	20	11,35	30	3,33	3,36	2,33	35	0,33	0,36	0,33	40	0,33	0,36	0,33
Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS																																															
Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48																																															
Fracción sólida	16,44	25,9	22,73	22,76	4,2	7,98																																															
Fracción líquida	17,42	24,14	11,35	33,74	2,91	10,44																																															
Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)																																																		
20	28,36	30	25,83																																																		
25	14,28	20	11,35																																																		
30	3,33	3,36	2,33																																																		
35	0,33	0,36	0,33																																																		
40	0,33	0,36	0,33																																																		
<p><b>Ilustración 39.</b> Perfil de TAG's del ensayo 8 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Categoría</th> <th>POP</th> <th>POS</th> <th>SOS</th> <th>POO</th> <th>SOO</th> <th>OTROS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Mezcla grasa</td> <td>25,83</td> <td>28,36</td> <td>14,28</td> <td>26,72</td> <td>2,33</td> <td>2,48</td> </tr> <tr> <td>Fracción sólida</td> <td>16,56</td> <td>25,37</td> <td>21,09</td> <td>23,08</td> <td>0,79</td> <td>13,12</td> </tr> <tr> <td>Fracción líquida</td> <td>16,17</td> <td>23</td> <td>14,93</td> <td>27,23</td> <td>3,7</td> <td>14,97</td> </tr> </tbody> </table>	Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS	Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48	Fracción sólida	16,56	25,37	21,09	23,08	0,79	13,12	Fracción líquida	16,17	23	14,93	27,23	3,7	14,97	<p><b>Gráfica 28.</b> Curva de solidos del ensayo 8 S2</p> <table border="1"> <thead> <tr> <th>Temperatura (°C)</th> <th>Fracción sólida (%)</th> <th>Mezcla grasa (%)</th> <th>Fracción líquida (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>20</td> <td>26,72</td> <td>30</td> <td>25,83</td> </tr> <tr> <td>25</td> <td>21,09</td> <td>20</td> <td>11,35</td> </tr> <tr> <td>30</td> <td>3,33</td> <td>3,36</td> <td>2,33</td> </tr> <tr> <td>35</td> <td>0,33</td> <td>0,36</td> <td>0,33</td> </tr> <tr> <td>40</td> <td>0,33</td> <td>0,36</td> <td>0,33</td> </tr> </tbody> </table>	Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)	20	26,72	30	25,83	25	21,09	20	11,35	30	3,33	3,36	2,33	35	0,33	0,36	0,33	40	0,33	0,36	0,33
Categoría	POP	POS	SOS	POO	SOO	OTROS																																															
Mezcla grasa	25,83	28,36	14,28	26,72	2,33	2,48																																															
Fracción sólida	16,56	25,37	21,09	23,08	0,79	13,12																																															
Fracción líquida	16,17	23	14,93	27,23	3,7	14,97																																															
Temperatura (°C)	Fracción sólida (%)	Mezcla grasa (%)	Fracción líquida (%)																																																		
20	26,72	30	25,83																																																		
25	21,09	20	11,35																																																		
30	3,33	3,36	2,33																																																		
35	0,33	0,36	0,33																																																		
40	0,33	0,36	0,33																																																		

Tabla 15. (Continuación)



Se realizó un ajuste de regresión lineal que arroja una ecuación por cada avance de cristalización (siguiendo el modelo de la Ecuación 1) donde la respuesta es el porcentaje del TAG a evaluar. El análisis estadístico va enfocado en la influencia de las variables seleccionadas sobre los TAG's POP, POS, SOS en las fracciones sólidas, dado que son los TAG's primordiales que componen la manteca de cacao.

### Ecuación 1. Ecuación lineal

$$A = TAG's = B_0 + B_1T$$

Para la ecuación A y B representan el avance de cristalización máximo y mínimo respectivamente.

- Regresión lineal del TAG POP

A POP = 47,6 - 1,10 T

B POP = 44,8 - 1,10 T

#### Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
2,09334	56,00%	26,67%	0,00%

Para las tablas de análisis de varianza, T es la temperatura final de medición y Ac es el avance de cristalización

#### Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	16,734	8,367	1,91	0,292
T	1	4,862	4,862	1,11	0,370
Ac	1	11,872	11,872	2,71	0,198
Error	3	13,146	4,382		
Total	5	29,881			

- Regresión lineal del TAG POS

A POS = 39,0 - 0,46 T

B POS = 38,4 - 0,46 T

#### Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
3,84513	3,01%	0,00%	0,00%

#### Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	1,3745	0,6872	0,05	0,955
T	1	0,8464	0,8464	0,06	0,826
Ac	1	0,5281	0,5281	0,04	0,862
Error	3	44,3551	14,7850		
Total	5	45,7295			



- **Regresión lineal del TAG SOS**

A  $SOS = 35,4 - 0,66 T$

B  $SOS = 33,3 - 0,66 T$

**Resumen del modelo**

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
5,25195	9,15%	0,00%	0,00%

**Análisis de Varianza**

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	8,336	4,168	0,15	0,866
T	1	1,742	1,742	0,06	0,818
Ac	1	6,594	6,594	0,24	0,658
Error	3	82,749	27,583		
Total	5	91,0			

Para el análisis estadístico de este set, cambia la ecuación porque se evalúa la interacción entre la agitación y el avance de cristalización. La Ecuación 2 representa una regresión lineal, donde Rpm es la velocidad de agitación; A y B avance máximo y mínimo de cristalización, respectivamente.

**Ecuación 2. Ecuación lineal**

$A = TAG's = B_0 + B_1RPM$

- **Regresión lineal del TAG POP**

A  $POP = 17,05 + 0,0524 Rpm$

B  $POP = 17,17 + 0,0524 Rpm$

**Resumen del modelo**

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
2,79739	6,62%	0,00%	0,00%

**Análisis de Varianza**

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	2,7746	1,38728	0,18	0,843
Rpm	1	2,7458	2,74576	0,35	0,579
Ac	1	0,0288	0,02880	0,00	0,954
Error	5	39,1270	7,82540		
Total	7	41,9015			

- **Regresión lineal del TAG POS**

A  $POS = 25,08 + 0,313 Rpm$

B  $POS = 24,86 + 0,313 Rpm$

## Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
6,36440	32,61%	5,66%	0,00%

## Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	98,008	49,0038	1,21	0,373
Rpm	1	97,906	97,9064	2,42	0,181
Ac	1	0,101	0,1013	0,00	0,962
Error	5	202,528	40,5056		
Total	7	300,536			

- **Regresión lineal del TAG SOS**

A   SOS = 14,10 + 0,411 Rpm

B   SOS = 18,80 + 0,411 Rpm

## Resumen del modelo

S	R-cuad.	R-cuad. (ajustado)	R-cuad. (pred)
7,16443	45,36%	23,51%	0,00%

## Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Regresión	2	213,09	106,54	2,08	0,221
Rpm	1	169,00	169,00	3,29	0,129
Ac	1	44,09	44,09	0,86	0,397
Error	5	256,65	51,33		
Total	7	469,73			

De lo anterior se puede decir que no fue posible modelar correctamente el conjunto de datos, dado que no se ajustó al modelo lineal porque no encontró una correlación entre las variables de respuesta y las variables seleccionadas y esto se puede ver reflejado en el coeficiente de determinación múltiple  $R^2$  y  $R^2$  ajustado, así como en el valor p de cada modelo. Los resultados del  $R^2$  de todos los ensayos de este set no superan el 56%, lo cual quiere decir que es un modelo cuyas estimaciones no describen la relación que existe entre estas variables y la composición de TAG's.

“El valor que nos sirve de referencia a la hora de aceptar o rechazar la hipótesis nula es el valor p del análisis de varianza. Si el valor p es mayor que 0.05, aceptaremos la hipótesis nula de independencia entre las variables (no existen efectos diferenciales entre los tratamientos)”<sup>56</sup>. En nuestro estudio, el valor p supera

---

<sup>56</sup> VICENS OTERO, José; HERRARTE SÁNCHEZ, Ainhoa y MEDINA MORAL, Eva. Análisis de la varianza (ANOVA). [en línea ] Enero de 2005 [Fecha de consulta: 21 de enero de 2018] Disponible en <[https://www.uam.es/personal\\_pdi/economicas/eva/pdf/anova.pdf](https://www.uam.es/personal_pdi/economicas/eva/pdf/anova.pdf)>

el nivel de significancia en todas las regresiones, lo cual indica que no rechaza la hipótesis nula de que no se separarán los triglicéridos de interés del resto de la mezcla grasa. Lo que quiere decir que en el presente trabajo de grado los resultados del análisis de regresión lineal reflejan que la combinación de datos de la temperatura y el avance de cristalización seleccionada en el diseño experimental no se correlaciona con la variable respuesta.

En cuanto al comportamiento de los TAG's primordiales que componen la manteca de cacao, entre el avance de cristalización y la temperatura, el POP y SOS siguen el mismo patrón en ambos avances de cristalización, contrario al POS que se ve afectado en momentos mínimos de cristalización como se puede ver en la Gráfica 30 y Gráfica 31. Esto podría ser por las características y posición que ocupan los ácidos grasos en la molécula de triglicéridos, donde el POP y SOS son TAG's simétricos.

Se analizan individualmente los TAG's por cada set en el cuadro 14 y se confirma en la Tabla 16 que el conjunto de datos obtenidos en el diseño experimental no presenta correlación entre las variables estudiadas. Se planteó este diseño experimental porque se esperaba un comportamiento similar entre estos triglicéridos por ser monoinsaturados con el ácido oleico intermedio. No obstante, los resultados obtenidos muestran la necesidad de hacer un estudio más extenso sobre la cristalización fraccionada en grasas especiales.

**Cuadro 14.** Evaluación del comportamiento del POP, POS y SOS durante la cristalización fraccionada

	<b>Avance de cristalización – Temperatura</b>	<b>Avance de cristalización – Agitación</b>
<b>POP</b>	Se observa en las Gráficas 30 y 31 el mismo patrón de comportamiento, pero con mayor concentración en el momento máximo.	No se encuentra relación entre el avance de cristalización, la agitación y la concentración entre 0 y 20 rpm. Mientras que entre 20 y 30, los tres TAG's tienen un mismo patrón, pero con menor concentración en un momento mínimo de cristalización como se observa en las Gráficas 32 y 33.
<b>POS</b>	Entre 25 y 26°C el POS se ve afectado en las Gráficas 30 y 31 por el avance de cristalización favoreciendo su concentración en el momento máximo.	
<b>SOS</b>	Se observa el mismo patrón de comportamiento, pero con mayor concentración en el momento máximo. (Gráficas 30 y 31)	

Dado que el diseño experimental no presenta una relación entre las variables se procede a revisar el perfil de TAG's de cada uno de los ensayos realizados con el fin de encontrar deductivamente cuales condiciones de operación podrían ser más favorables para obtener una fracción de características similares a la manteca de cacao.

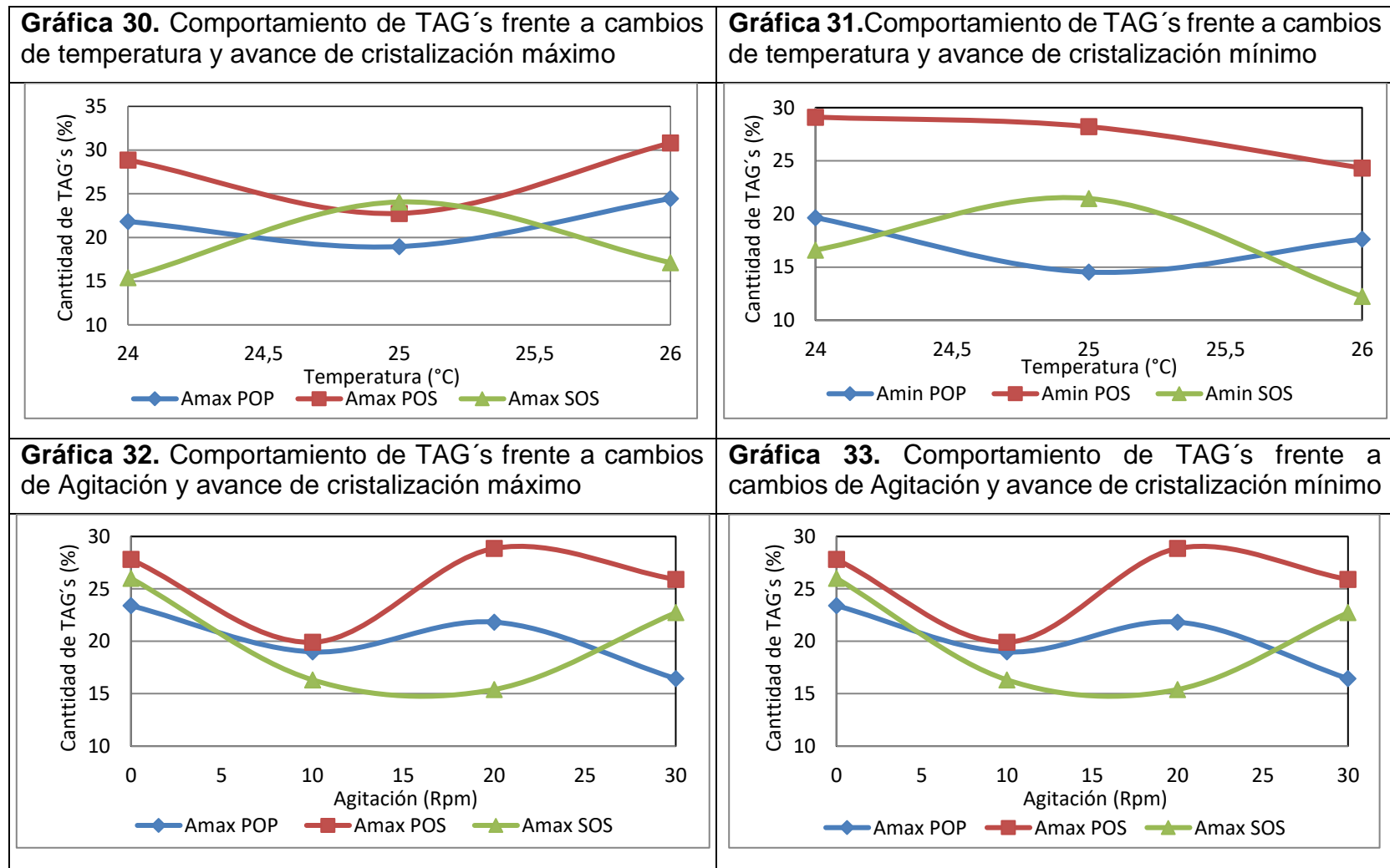
En cuanto a las condiciones de operación que generaron compuestos cercanos a un CBE se observa (Ilustración 30) que en la fracción sólida del ensayo 5 del primer set, el cual relaciona temperatura y avance de cristalización, los triglicéridos de interés se concentran en proporciones similares a las de la MC, además el POO y el SOO se desplazan hacia la fracción líquida en su gran mayoría. De este modo se encuentra que una temperatura final de cristalización de 26°C en el máximo avance de cristalización arroja los mejores resultados para el primer set.

Durante la experimentación no fue necesario implementar el sistema diseñado para la filtración de los ensayos 1 (Ilustración 32) y 2 (Ilustración 33) del segundo set los cuales fueron realizados sin agitación porque no se veían sólidos suspendidos en la mezcla grasa, sino que se sedimentó la fracción sólida al fondo del cristizador, facilitando la extracción de este sólido con una espátula.

Los perfiles de triglicéridos de estos dos ensayos demuestran que hay mayor concentración de los triglicéridos de interés en la fracción sólida y hay un desplazamiento del POO y SOO hacia la fracción líquida, pero no se consideran viables por su bajo rendimiento (menor a 5%) y sus extensos tiempos de operación. A partir de esto se podría inferir que la agitación afecta la aglomeración de cristales estables. (Ver anexo C)

Si se comparan los perfiles de triglicéridos de los ensayos 4 (Ilustración 35) y 6 (Ilustración 37) del segundo set los cuales tienen las mismas condiciones de avance de cristalización y temperatura final se observa que con una mayor agitación se obtiene una menor concentración de los triglicéridos de interés en la fracción sólida. Lo que podría indicar que para el sistema diseñado la agitación mayor a 20 rpm rompe los cristales. Por lo cual las condiciones del ensayo 4 generan el compuesto más cercano a un CBE en el sistema diseñado a nivel laboratorio.

**Tabla 16.** Gráficas de la interacción entre la temperatura, agitación vs avance de cristalización



Es importante resaltar que la separación de las dos fases es también un factor influyente, pues, teniendo en cuenta las palabras de V. Gibon y A. Tirtiaux, “la clave para el éxito de la operación de fraccionamiento seco es la selectividad de la separación. Las grasas tienden a cristalizarse como partículas porosas y esto obstaculiza la separación de líquidos y sólidos.”<sup>57</sup> A partir de esto se puede inferir que, a pesar de que teóricamente se llega a la separación de triglicéridos a través de la cristalización, en la realidad el rendimiento y la calidad de la fracción sólida dependen, en gran parte, del proceso de separación. Dicho proceso asegura un total desprendimiento de líquido, el cual afectará las propiedades físicas de la parte sólida obtenida.

De la misma manera, frecuentemente se obtienen cristales que no son capaces de soportar el estrés generado en la separación y terminan atravesando el medio filtrante.<sup>58</sup> Esta situación pudo haber ocurrido durante el proceso de separación a nivel laboratorio, como consecuencia del filtro seleccionado para el procedimiento, ya que este no tuvo estudios previos que se relacionaran con el tamaño de cristal que forman el POP, el POS y el SOS. Además, se trataba de un sistema que no contaba con un medidor de presión que permitiera cuantificar la fuerza generada sobre los cristales y así, no era posible deducir si estos se podían destruir o no.

Como consecuencia de lo mencionado con anterioridad, a la fracción líquida se transferían partículas sólidas a través de la tela filtrante e, igualmente, en la fracción sólida permanecía líquido retenido que, de alguna forma, pudo alterar el perfil de TAG's y las propiedades físicas de las fracciones.

La aceptación de la hipótesis nula se puede explicar a partir de que las variables seleccionadas en el diseño experimental no eran las únicas que incidían sobre la respuesta (composición de la fracción sólida). Es decir; el sistema diseñado era susceptible a otras variables que no fueron consideradas en el diseño de experimentos como el tiempo y la temperatura en las etapas de nucleación y crecimiento de cristal; además de la etapa de separación en donde se debe garantizar la correcta filtración entre el líquido y sólido. Se debe tener en cuenta la complejidad de la mezcla grasa por su composición en triglicéridos ( $S_2I$  y  $SI_2$ ) cuyo estado físico es muy similar (Ver cuadro 3) y por lo tanto tienen puntos de fusión cercanos. También es importante resaltar la complejidad de la cristalización fraccionada ya que puede dividirse en etapas como nucleación, crecimiento de cristal, aglomeración y separación física de las fracciones, en donde cada una de ellas cuenta con variables incidentes sobre la composición final de la fracción sólida.

---

<sup>57</sup> Gibon, Veronique., & Tirtiaux, Alain. Últimas tendencias en el fraccionamiento en seco. En: Palmas 2002. Vol. 23, No. 3, p.31-67.

<sup>58</sup> CALLIAUW. Gij. Dry fractionation. Edible oil processing [en línea] 18 de Mayo de 2011: [Fecha de consulta: 21 de enero de 2018] Disponible en: <<http://lipidlibrary.aocs.org/OilsFats/content.cfm?ItemNumber=40328>>

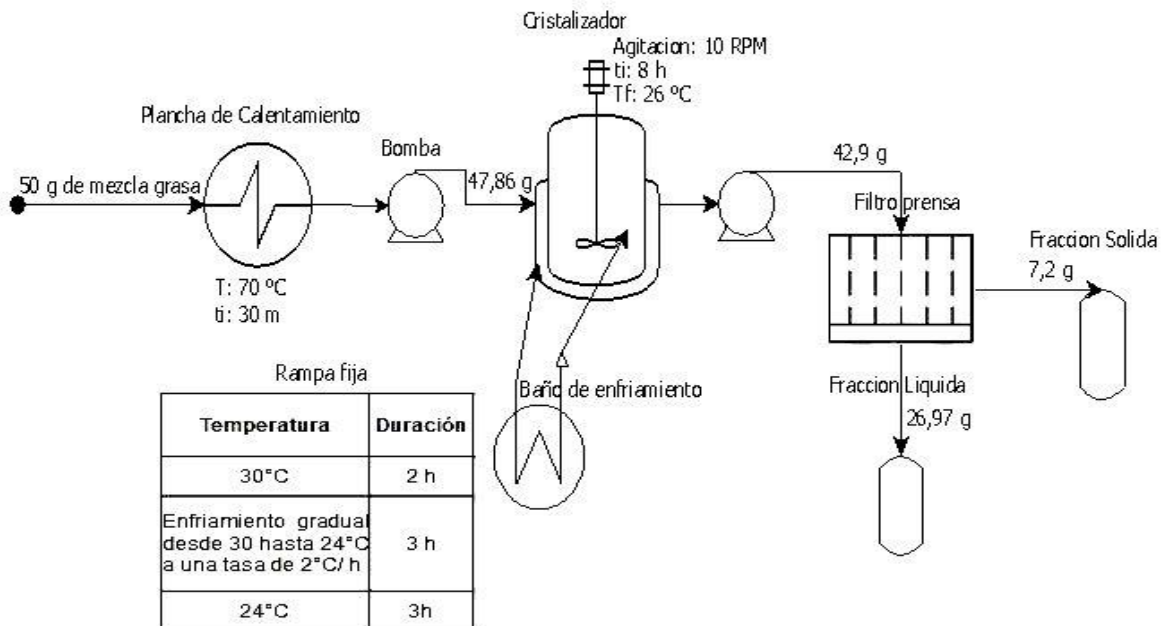
## 4. ANÁLISIS DE COSTOS

Se procede a realizar un diagrama de bloques que contenga tanto las condiciones de operación que tuvieron un mejor resultado de este estudio para obtener un equivalente de manteca de cacao, como las etapas o equipos involucrados en todo el proceso a nivel laboratorio. De este modo se hará un análisis de costeo básico que incluya: la materia prima, consumo energético, mano de obra, valor de los análisis de laboratorio y los equipos comprados y fabricados en el proceso del fraccionamiento. Por último, se hará un costeo a nivel industrial con base a la información que tenga SIGRA S.A respecto a los equipos y procesos realizados en planta.

### 4.1 COSTOS A NIVEL LABORATORIO

La Ilustración 40 muestra el proceso de fraccionamiento en seco de la mezcla grasa para la obtención de un CBE a escala laboratorio con las condiciones de operación y cantidad inicial de materia prima que más favorecen la obtención de una fracción sólida con composición similar a la manteca de cacao. Para el desarrollo del proyecto fue necesario: adquirir un baño termo regulado para controlar la temperatura, fabricar un cristalizador, un agitador y un sistema de separación buscando simular los equipos que se encuentran en funcionamiento en la planta de producción.

**Ilustración 40.** Proceso de fraccionamiento en seco para la obtención de un CBE a escala laboratorio



**4.1.1 Costos de materia prima.** Se pesan las respectivas cantidades para cada ensayo y se calcula el precio de la materia prima, las cuales son tabuladas en la Tabla 17. Cada gramo de mezcla grasa equivale a \$17,62 COP. Se obtiene un valor total de \$ 20.562 COP para el costo de la materia prima.

**Tabla 17.** Costo de materia prima por cantidad de gramos

<b>ENSAYOS PRELIMINARES</b>		
<b>Cámara climática</b>		
Ensayos	Materia prima (g)	Costo COP
1	30,00	528,52
2	30,05	529,40
3	30,31	533,98
4	30,22	532,40
5	30,15	531,16
<b>Baño de enfriamiento</b>		
1	49,76	876,64
2	40,41	711,92
3	45,05	793,66
4	45,08	794,19
5	45,02	793,14
6	46,20	813,92
<b>Fraccionamiento con solvente</b>		
1	30,11	530,46
<b>DISEÑO DE EXPERIMENTOS</b>		
<b>Baño de enfriamiento</b>		
<b>Primer set</b>		
1	50	880,87
2	50	880,87
3	50	880,87
4	50	880,87
5	50	880,87
6	50	880,87
R1	50	880,87
R2	50	880,87
<b>Segundo set</b>		
1	50	880,87
2	50	880,87
3	50	880,87



Tabla 17. (Continuación)

4	50	880,87
5	50	880,87
6	50	880,87
R1	50	880,87
<b>TOTAL</b>		<b>\$ 20.652</b>

**4.1.2 Costos de equipos.** Bajo el patrocinio de SIGRA S.A, se compró y fabricó los siguientes equipos para desarrollar el proyecto. La Tabla 18, muestra el precio y cantidad de cada uno de ellos.

**Tabla 18.** Costo y cantidad de los equipos comprados

<b>Equipo</b>	<b>Cantidad</b>	<b>Costo(COP)</b>
Baño de enfriamiento	1	9.569.532
Cristalizador	1	30.000
Agitador	1	80.000
Jeringas	15	30.000
<b>TOTAL</b>		<b>\$9.709.532</b>

**4.1.3 Costos de energía.** Para calcular los costos de energía, se procede a calcular el kWh de cada equipo de acuerdo con los kilowatts y tiempo que gasta en funcionamiento cada ensayo. La Tabla 19 muestra los kWh para cada equipo.

**Tabla 19.** Cantidad de watts que provee cada equipo

<b>Equipos</b>	<b>Voltaje</b>	<b>Amperios</b>	<b>kW</b>
Cámara Climática	115	4,4	0,506
Baño de Enfriamiento	120	12,6	1,512
Motor para agitación	115	0,7	0,085

A continuación, se calcula el kWh de los equipos nombrados en la tabla anterior para los ensayos preliminares y el diseño de experimentos, mostrando la cantidad de horas que estuvo en uso cada equipo para cada ensayo.

**Tabla 20.** Cálculo de kWh para los ensayos preliminares

<b>ENSAYOS PRELIMINARES</b>		
<b>Cámara Climática</b>		
Ensayos	Tiempo (h)	kWh
1	24,00	12,14
2	24,00	12,14
3	18,50	9,36
4	33,01	16,70
5	49,08	24,83
<b>Baño de enfriamiento</b>		
1	20,75	31,37
2	17,25	26,08
3	23,25	35,15
4	22,25	33,64
5	10,2	15,42
6	9,00	13,61
<b>Motor para agitación</b>		
1	20,75	1,67
2	17,25	1,39
3	23,25	1,87
4	22,25	1,79
5	10,20	0,82
6	9,00	0,72
<b>TOTAL</b>		<b>\$ 239</b>

**Tabla 21.** Cálculo de kWh para el primer set del diseño de experimentos

<b>DISEÑO DE EXPERIMENTOS</b>			
<b>Primer set</b>			
Ensayos	<b>Baño de enfriamiento</b>		<b>Agitación</b>
	Tiempo (h)	kWh	kWh
1	12,42	18,78	1,00
2	11,70	17,69	0,94
3	15,36	23,22	1,24
4	14,10	21,32	1,14

Tabla 21. (Continuación)

5	16,5	24,95	1,33
6	16,16	24,43	1,30
R1	15,37	23,24	1,24
R2	14,00	21,17	1,13
<b>TOTAL</b>	<b>116</b>	<b>175</b>	<b>9,00</b>

**Tabla 22.** Cálculo de kWh para el segundo set del diseño de experimentos

<b>DISEÑO DE EXPERIMENTOS</b>			
<b>Segundo set</b>			
<b>Baño de enfriamiento</b>		<b>Agitación</b>	
<b>Ensayos</b>	<b>Tiempo (h)</b>	<b>kWh</b>	<b>kWh</b>
1	97,75	147,80	7,87
2	73,92	111,77	5,95
3	14,16	21,41	1,14
4	11,50	17,39	0,93
7	11,83	17,89	0,95
8	11,33	17,13	0,91
R1	12,40	18,75	1,00
<b>TOTAL</b>	<b>233</b>	<b>352</b>	<b>19</b>

**Nota.** No se calcula el kWh para el ensayo 5 y 6 ya que es el mismo ensayo 1 y 2 del primer set.

Por último, se calcula el consumo energético para cada equipo según la cantidad y valor del kWh. El valor de kWh, el cual se paga a la empresa que presta el servicio es de \$ 300 COP. Por consiguiente, el valor del consumo energético para cada equipo se puede ver en la Tabla 23.

**Tabla 23.** Consumo energético en COP

<b>EQUIPO</b>	<b>kWh</b>	<b>Consumo energético</b>
Baño de enfriamiento	682,21	204.664,32
Motor para agitación	36,32	10.896,48
Cámara climática	75,19	22.555,96
<b>TOTAL</b>	<b>793,72</b>	<b>\$ 238.117</b>

**4.1.4 Costos de análisis.** Los costos de los análisis se hicieron respecto al número de muestras (ver cuadro 15) tanto en los ensayos preliminares como en el diseño de experimentos. El precio de cada análisis fue suministrado por el laboratorio de calidad de SIGRA S.A., el cual se multiplica por cada muestra cómo se puede ver en la Tabla 24.

**Cuadro 15.** Número de muestras para los análisis fisicoquímicos

<b># DE MUESTRAS</b>			
<b>Ensayos preliminares</b>			<b>Diseño experimental</b>
<b>Cámara climática</b>	<b>Fraccionamiento con solvente</b>	<b>Cristalizador enchaquetado</b>	
5	3	4	30

Para el punto de fusión e índice de yodo se incluye la mezcla grasa y la manteca de cacao de referencia. Respecto a la curva de sólidos no están todas las muestras debido a que no hubo muestra suficiente para realizar el análisis y al set 2 (CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA EN CÁMARA DE CLIMA CONSTANTE HPP110) no se le realizó dicho análisis. En la cromatografía se incluye la mezcla grasa y la manteca de cacao de referencia, pero no se encuentran el análisis para las réplicas por problemas descritos anteriormente.

**Tabla 24.** Costos de análisis fisicoquímicos

<b>Análisis</b>	<b>Precio por unidad COP</b>	<b>Muestras</b>	<b>Total COP</b>
Punto de fusión	500	44	22.000
Índice de yodo	3500	44	154.000
Cromatografía	4500	39	175.500
Sólidos	2500	31	77.500
<b>TOTAL</b>			<b>\$ 429.000</b>

**4.1.5 Costos de mano de obra.** Según el DECRETO 2209 DE 2016 “Fijar a partir del primero (1°) de enero de 2017, como Salario Mínimo Legal Mensual para los trabajadores de los sectores urbano y rural, la suma de setecientos treinta y siete mil setecientos diez y siete pesos (\$737,717).”<sup>59</sup>

Generalmente, un operario trabaja 8 horas al día por 6 días a la semana. Por lo escrito anteriormente, el valor de la hora ordinaria diurna hombre es de \$3.074 COP.

<sup>59</sup> COLOMBIA. MINISTERIO DE TRABAJO. Decreto 2209 (30 de Diciembre de de 2016) Por el cual se fija el salario mínimo mensual legal. Bogotá DC.: El Ministerio 2016. p.4

El costo de mano de obra va enfocado al tiempo aproximado que se gasta un operario en realizar los análisis de laboratorio y el tiempo aproximado en realizar el fraccionamiento en seco, multiplicado por el valor hora hombre.

**Tabla 25.** Valor de mano de obra para los análisis fisicoquímicos

<b>Análisis</b>	<b>Tiempo aproximado por unidad (h)</b>	<b>Muestras</b>	<b>Total</b>
Punto de fusión	0,17	44	22.992,18
Índice de yodo	0,25	44	33.812,03
Cromatografía	1,50	39	59.939,51
Sólidos	0,37	31	35.256,72
<b>TOTAL</b>			<b>\$ 152.000</b>

**Cuadro 16.** Valor de mano de obra para todos los fraccionamientos

<b>Equipos</b>	<b>Ensayos preliminares</b>		<b>Diseño de experimentos</b>	
	<b>Cámara climática</b>	<b>Fraccionamiento con solvente</b>	<b>Cristalizador enchaquetado</b>	
# de Fraccionamientos	5	2	6	12
Tiempo aproximado por unidad (h)	2			
<b>TOTAL</b>	<b>\$ 172.134</b>			

**4.1.6 Costos totales.** La Tabla 26, muestra los resultados totales que se gastó en el laboratorio de SIGRA S.A para desarrollar el proyecto.

**Tabla 26.** Costo total realizado en el laboratorio

<b>ACTIVIDAD</b>	<b>COSTOS (COP)</b>
Materia prima	\$ 20.652
Equipos	\$ 9.709.532
Costo energético	\$ 238.116,76
Costo de análisis	\$ 429.000
Costo mano de obra	\$ 324.134
<b>Total costos</b>	<b>\$ 10.721.435</b>

**4.1.7 Costos a nivel industrial.** A continuación, se presenta un costeo básico industrial con la información que proporcionó SIGRA S.A sobre sus costos de producción en la planta de fraccionamiento de mezclas de grasas vegetales, la cual trabaja en promedio 7 horas por lote de producción. El costo promedio de operación de esta planta es de \$108/kg e incluye costos de servicios de energía y agua. También se sabe que el costo de mano de obra es \$500 por kg de producto terminado, y que las mermas generales del procedimiento son de 0.5%. Entonces, con dicha información se calcula cuanto podría costar el fraccionamiento teniendo en cuenta el tipo de materia prima y la duración del procedimiento para el fraccionamiento que favoreció la obtención de una fracción sólida similar a la manteca de cacao. (Ensayo 5 S1). Si se asume que hay una relación directamente proporcional entre la duración del procedimiento y el costo de mano de obra por producto terminado se obtiene que para un proceso que dure 16.5 horas, el costo de mano de obra será \$ 1.178/kg.

La Tabla 27 muestra el precio total para la cristalización fraccionada de una mezcla grasa para la obtención de un CBE a nivel industrial.

**Tabla 27.** Costeo básico a nivel industrial

	<b>COSTO (\$/kg de producto)</b>
Materia prima	17.620
Costos indirectos de producción	108
Mermas	0,54
Costo de mano de obra	1.178
<b>TOTAL</b>	<b>\$ 18.907</b>

## 5. CONCLUSIONES

- Se seleccionaron tres variables significativas en el proceso diseñado de cristalización fraccionada a nivel laboratorio de una mezcla grasa para la obtención de un CBE. Las cuales son: avance de cristalización, considerada como una variable categórica y una medida indirecta del tiempo; la agitación aplicada durante todo el procedimiento para evaluar si esta incidía sobre la uniformidad y continuidad del proceso; y por último, la temperatura final de cristalización porque se quería estudiar si influía sobre la aglomeración de cristales.
- A través de un análisis deductivo de los resultados obtenidos en el diseño experimental se establece que las condiciones que más favorecen la obtención de un CBE en el sistema diseñado en el presente trabajo de grado son 26°C como temperatura final, un avance máximo de cristalización en la etapa de la aglomeración de cristales y 10 rpm durante todo el proceso, porque bajo dichas condiciones se obtuvo el compuesto con mayor cercanía en composición a la manteca de cacao y porque se logró el mayor desplazamiento de los triglicéridos no deseados a la fracción líquida.
- El costo total para realizar la cristalización fraccionada a nivel laboratorio tuvo un valor de \$ 10.721.435 COP. Dicho valor, incluye costos de inversión en equipos, mano de obra, insumos y materia prima.

## 6. RECOMENDACIONES

- Se recomienda continuar con el estudio sobre fraccionamiento en seco de mezclas grasas vegetales para la obtención de CBE haciendo uso del montaje diseñado para SIGRA SA, el cual incluye el cristizador enchaquetado y el agitador metálico.
- Se recomienda hacer estudios con enfoques termodinámicos y fisicoquímicos para evaluar al comportamiento de cristalización de la mezcla grasa y las fracciones obtenidas. Por ejemplo, estudios de cristalografía para las fracciones sólidas con el objetivo de llegar a la forma polimórfica más estable.
- Se recomienda diseñar y fabricar un sistema a escala laboratorio que siga las especificaciones técnicas de un filtro prensa. El cual garantice la retención de los sólidos formados sin destruirlos y la obtención redes cristalinas sin líquido atrapado en su estructura.
- Es importante buscar variables que puedan ser medidas y cuantificadas para ampliar el criterio de selección del avance de cristalización. Un ejemplo es aplicar pruebas de NMR que generen información de los sólidos presentes en el medio, o medir la viscosidad de la mezcla grasa. De este modo se podría establecer una variable continua que no genere subjetividad a la hora de separar.
- Se recomienda implementar líneas de investigación que busquen los beneficios de las grasas poliinsaturadas como las fracciones líquidas obtenidas, para así aprovechar el subproducto generado.
- La cristalización fraccionada se divide en etapas como nucleación, crecimiento de cristal, aglomeración y separación física de las fracciones, en donde cada una de ellas cuenta con variables que inciden sobre la composición final de la fracción sólida. Por lo tanto, se recomienda estudiar individualmente cada una de ellas para establecer las condiciones que garanticen los TAG's de interés en la composición final de la fracción sólida.



## BIBLIOGRAFÍA

AJZENBERG, Nancy. Información tecnológica. Introducción a la hidrogenación de aceite y su implementación en un proceso supercrítico: caso del aceite de girasol. En: Grasas y aceites. 2002. Vol 53.p. 229-238

AMERICAN OIL CHEMIST'S SOCIETY. Solid fat content (SFC) by Low-Resolution Nuclear Magnetic Resonance, Direct Method. CD 16b-93. 7th edition.

CALLIAUW. Gijs. Dry fractionation. Edible oil processing [en línea] 18 de Mayo de 2011 : [Fecha de consulta: 29 de Agosto de 2017] Disponible en:<<http://lipidlibrary.aocs.org/OilsFats/content.cfm?ItemNumber=40328>>

CALLIAUW. Gijs. Dry fractionation. Edible oil processing [en línea] 18 de Mayo de 2011: [Fecha de consulta: 21 de enero de 2018] Disponible en:<<http://lipidlibrary.aocs.org/OilsFats/content.cfm?ItemNumber=40328>>

CHONG, C.; HOH, Y y Wang, C. Fractionation Procedures for Obtaining Cocoa Butter Like Fat from Enzymatically Interesterified Palm Olein. Malasia. En: JAOCS. Febrero de 1992. Vol, 69. No, 2.. p 137-140

CI SIGRA S.A, Obtención y utilización de la manteca de cacao [en línea]: [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en:< <http://www.sigra.com/new/nuestra-planta/>>

CODINI, Melina. DÍAZ VÉLEZ, Florencia. GHIRARDI, Marina. VILLAVICENCIO, Inés. Obtención y utilización de la manteca de cacao. En Revista: Invenio. (Junio. 2004); p.143.

COLOMBIA. MINISTERIO DE TRABAJO. Decreto 2209 (30 de Diciembre de de 2016) Por el cual se fija el salario mínimo mensual legal. Bogotá DC.: El Ministerio 2016. p.4

CORTES, Carol Andrea y ROJAS Mónica Viviana. Evaluación de la obtención del equivalente de manteca de cacao mediante la reacción enzimática entre oleína de palma y ácido esteárico. Proyecto integral de grado para optar el título de INGENIERO QUÍMICO. Bogotá DC. Fundación Universidad de América. Facultad de Ingeniería. Ingeniería Química, 2016. 27 p.

De Clercq. Nathalie. Crystallisation of fats and oils [Diapositivas]. Universidad de Gent. 2013. p 16-17 [en línea] 9 de Septiembre 2013 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en <[http://www2.hcmuaf.edu.vn/data/lhquang/file/KO1102013/Crystallization\\_general\\_Nathalie\\_\\_pdf.pdf](http://www2.hcmuaf.edu.vn/data/lhquang/file/KO1102013/Crystallization_general_Nathalie__pdf.pdf)>

EUROPEAN COMMISSION JOINT RESEARCH CENTRE. Method description for the quantification of cocoa butter equivalents in cocoa butter and plain chocolate. EUR 20831. GEEL BELGIUM. 2003.p 10.

FARR, W., O'BRIEN, R., & WAN, P. Introduction to fat and oils technology, Citado por Herrera, W & Montañez, U. Obtención y caracterización de ácido esteárico a partir de aceite de palma a escala laboratorio. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander, 2006. p.10.

Gibon, Veronique., & Tirtiaux, Alain. Últimas tendencias en el fraccionamiento en seco. En: Palmas 2002. Vol. 23, No. 3,. p, 31-67.

HAMM, W. Trends in edible oil fractionation.1995. p. 121

HUERTA O. Sergio [Diapositivas]. Universidad Autonoma Metropolitana. Planta Piloto De Fermentaciones. [en línea] 2004 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en:<  
<http://sgpwe.izt.uam.mx/files/users/uami/sho/Cristalizacion.pdf> >

HUEY, Sam; HOCK, Chuah Cheng y WAI LIN, Siew. Characterization of low saturation Palm Oil products after continuous enzymatic interesterification and Dry fractionation. En: Journal of Food Science. 2009. p.177- 183

INSTITUTE OF SHORTENING AND EDIBLE OILS. Food Fats and Oils. 9na edición. 1750 New York Avenue, NW, Suite 120 Washington, DC. 2006. 3, p.7

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y DE CERTIFICACIÓN. Documentación. Presentación de tesis, trabajos de grado y otros trabajos de investigación. NTC 1486. Sexta actualización. Bogotá: El instituto, 2008.110p.

\_\_\_\_\_. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del punto de fusión. (punto de deslizamiento). NTC 213. Bogotá D.C.: El instituto, 2002.

\_\_\_\_\_. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de peróxidos. NTC 236. Bogotá D.C.: El instituto, 2011.

\_\_\_\_\_. Referencias, bibliográficas, contenido, forma y estructura. NTC 5613. Bogotá: El instituto,2008, p.12.

\_\_\_\_\_. Referencias, documentales para fuentes de informaciones electrónicas. NTC 4490. Bogotá: El instituto, 1998, p.12

JÁCOME, Luis Fernando. Evaluación de la enzima LYPOZYME TL IM en reacciones de transesterificación enzimática para la obtención de grasas especiales. Trabajo

de grado Químico. Bucaramanga: Universidad Industrial de Santander. Facultad de ciencias. Escuela de química, 2004. p.20

KELLENS, Marc. Developments in fractionation technology. Citado por. Ralph E. Timms. Fracttionation. En: FRANK D. GUNSTONE y FRED B. PADLEY. Lipid technologies and applications. MARCEL DEKKER, INC. New York.1997. p 208

KELLENS, Marc. Et al. Palm oil fractionation. En: De Smet Technologies and Services. 2007. Vol 109. p. 336-349

MARA, J., & BARRERA, D. Temas selectos en aceites y grasas. Blucher. 2009. p.144.

OXFORD INSTRUMENTS. Determination of solid fat content in edible oils [en línea] 2004 [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en:<<https://www.oxford-instruments.com/OxfordInstruments/media/oxford-instruments-industrial-analysis/Solid%20Fat%20Content/13-Determination-of-Solid-Fat-Content-in-Edible-Oils-and-Fats.pdf?width=0&height=0&ext=.pdf>>

OYANADER, M.A; GUERRERO, C.J; y CISTERINAS, L.A Información tecnológica s.s.s sistema para separación de sales por cristalización fraccionada. En: Información tecnológica. Vol 8. No 5. 1997. 11-15 p.

PORTAFOLIO. Productos y mercados, la apuesta de Sigrá. [en línea] Mayo 23 de 2017 [Fecha de consulta: 20 de Febrero 2017] Disponible en:<<http://www.portafolio.co/negocios/empresas/productos-y-mercados-la-apuesta-de-sigra-506170>>

QUIMINET. El funcionamiento del filtro prensa [en línea] 30 de Enero de 2008: [Fecha de consulta: 29 de agosto de 2017] Disponible en:<<https://www.quiminet.com/articulos/el-funcionamiento-del-filtro-prensa-23843.htm>>

RAY, Joseph. Et al. Characterisation of high 1,3-distearoyl-2-oleoyl-sn-glycerol content stearins produced by acidolysis of high oleic sunflower oil with stearic and palmitic acids. En: European Journal of Lipid Science Technology. 2014. p. 532-547

SMITH, Kevin. Chocolate tempering. En: Articles and lectures. 2006 p. 12-26 [en línea] Junio 2006 [Fecha de consulta: 23 de octubre de 2017] Disponible en <[http://northamerica.ioiloders.com/images/papers/Loders\\_Croklaan\\_Articles\\_and\\_lectures\\_booklet\\_2007\\_tcm40-5890.pdf](http://northamerica.ioiloders.com/images/papers/Loders_Croklaan_Articles_and_lectures_booklet_2007_tcm40-5890.pdf)>

SOON, W. Specialty fats versus cocoa butter.Petailing Jaya,Selangor (Malaysia) 1991, Citado por KELLENS, Marc. Et al. Palm oil fractionation. Op cit, p.345

TAYLOR.A.M. The crystallization and dry fractionation of Malaysian palm Oil Citado por. ZALIHA. O. et al. Crystallization properties of palm oil by dry fractionation. . En: Food chemistry. 2004. No 86. p. 245.

TIMMS, Ralph E. Fractional crystallisation- the fat modification process for the 21st century. 2005. p. 52

TIMMS, Ralph E. Fractionation. En: GUNSTONE. Frank, et al. Lipid technologies and Applications. Marcel Dekker, Ink. 1997. p.199-222

TIRTIAUX, Alain. Fraccionamiento en seco, una tecnología comprobada. En: Boletín El Palmicultor. Febrero de 1990. No 217. p 5-6.

VICENS OTERO, José; HERRARTE SÁNCHEZ, Ainhoa y MEDINA MORAL, Eva. Análisis de la varianza (ANOVA). [en línea ] Enero de 2005 [Fecha de consulta: 21 de enero de 2018] Disponible en <[https://www.uam.es/personal\\_pdi/economicas/eva/pdf/anova.pdf](https://www.uam.es/personal_pdi/economicas/eva/pdf/anova.pdf)>

VIRTUAL AMRITA LABORATORIES UNIVERSALIZING EDUCATION, Estimation of Iodine value of fats and oils: [Fecha de consulta: 06 de Enero de 2018] Disponible en:< <http://vlab.amrita.edu/?sub=3&brch=63&sim=1111&cnt=1>>

# **ANEXOS**

## ANEXO A

### EVIDENCIA DE LOS ENSAYOS 1 Y 2 DEL TERCER SET EXPERIMENTAL

El presente anexo muestra el material fotográfico de los ensayos 1 y 2 del tercer set experimental en donde se obtuvieron fases sólidas, pero de diferente consistencia y apariencia. La primera de ellas estaba totalmente adherida al agitador metálico y se retiró con una espátula, se partía y aun así guardaba su consistencia. La segunda muestra obtenida, era similar a una mantequilla, y tenía la capacidad de esparcirse.



ENSAYO 1

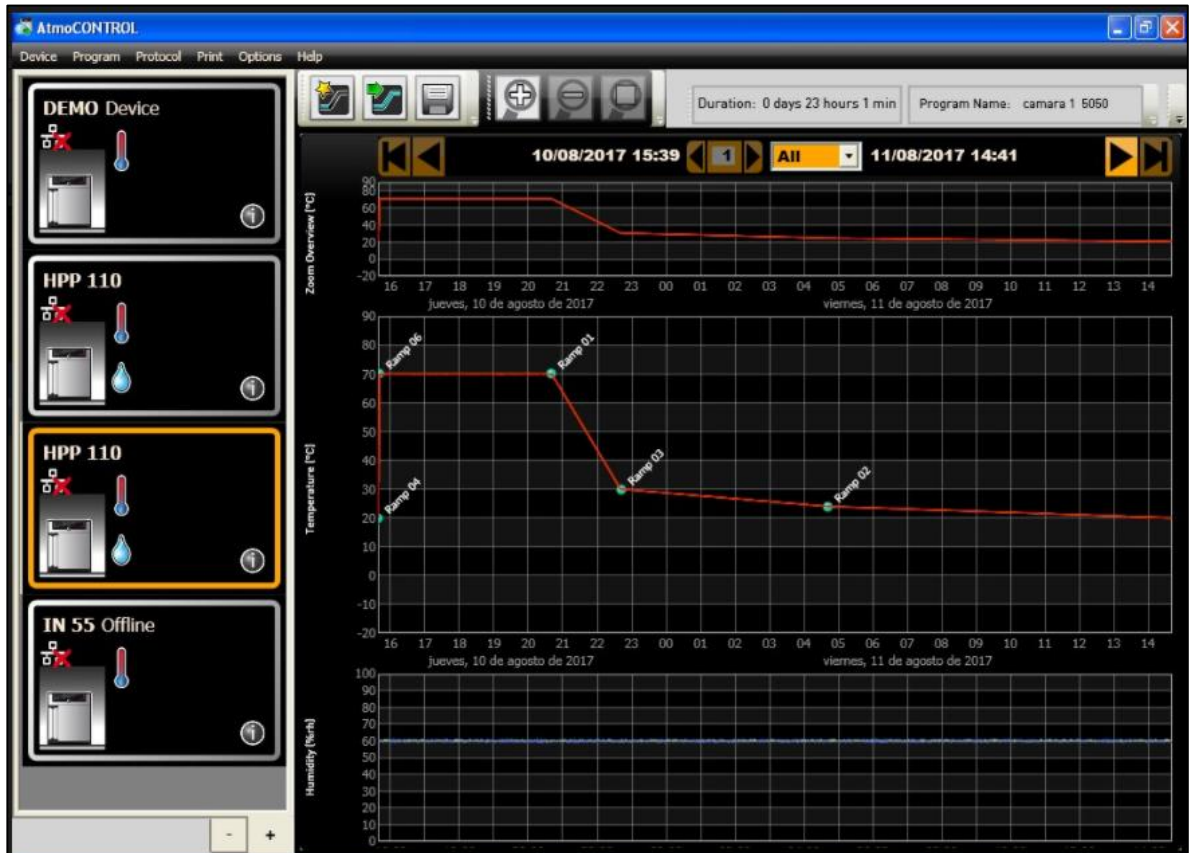


ENSAYO 2

## ANEXO B

### SOFTWARE MEMMERT ATMOCONTROL

Software llamado MEMMERT AtmoCONTROL utilizado en la programación de la rampa para las cámaras climáticas en los ensayos preliminares.



## ANEXO C

### EVIDENCIA DE LA CRISTALIZACIÓN FRACCIONADA DEL ENSAYO 1 DEL SEGUNDO SET

Se quiere mostrar que en este estudio la agitación rompe el cristal o impide el crecimiento de él. El Ensayo 1 S2 no tuvo agitación en todo el proceso por lo que el cristal quedo entre el embolo y la tela filtrante.





## ANEXO D

### BASE DE CÁLCULO DE LOS ENSAYOS QUE TUVIERON SEPARACIÓN EN LOS ENSAYOS PRELIMINARES

<b>ENSAYO 5 CAMARA CLIMATICA</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
TAG VOLATILES	0,38	1,49	1,00	0,09	0,03	0,74	0,87	-0,49
PPP	0,58	1,24	0,64	0,14	0,03	0,48	0,64	-0,06
MOP	0,09	1,18	0,12	0,02	0,03	0,09	0,14	-0,05
PPS + PSP	0,05	2,46	0,65	0,01	0,05	0,48	0,55	-0,50
POP	25,83	23,46	25,17	6,04	0,50	18,74	25,29	0,54
PLP	0,90	3,17	1,66	0,21	0,07	1,24	1,51	-0,61
TAG intermedio 1.	0,13	0,24	0,01	0,03	0,01	0,01	0,04	0,09
PSS	0,00	2,83	0,20	0,00	0,06	0,15	0,21	-0,21
POS	28,36	25,38	25,61	6,63	0,54	19,07	26,25	2,11
POO	26,72	22,86	26,63	6,25	0,49	19,83	26,57	0,15
PLS	0,20	0,66	0,30	0,05	0,01	0,22	0,28	-0,08
PLO	0,04	0,00	0,05	0,01	0,00	0,04	0,05	-0,01
Indefinido	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,04	0,04	-0,04
SSS	0,00	0,32	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	-0,01
SOS	14,28	12,65	13,27	3,34	0,27	9,88	13,49	0,79
SOO	2,33	1,65	4,32	0,55	0,04	3,22	3,80	-1,47
SLS+OOO	0,08	0,20	0,14	0,02	0,00	0,10	0,13	-0,05
SLO	0,00	0,04	0,04	0,00	0,00	0,03	0,03	-0,03
Indefinido	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
SOA	0,03	0,17	0,13	0,01	0,00	0,10	0,11	-0,08
AOO	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
TOTAL	100,00	100,00	100,00	23,39	2,14	74,46	100,00	0,00

<b>ENSAYO 6 CAMARA CLIMATICA</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	5,07	1,40	0,08	2,55	0,40	3,03	-2,65
<i>PPP</i>	0,58	2,26	1,77	0,12	1,14	0,51	1,77	-1,19
<i>MOP</i>	0,09	1,20	0,35	0,02	0,60	0,10	0,72	-0,63
<i>PPS + PSP</i>	0,05	0,45	1,22	0,01	0,23	0,35	0,59	-0,54
<i>POP</i>	25,83	25,42	28,68	5,44	12,77	8,23	26,44	-0,61
<i>PLP</i>	0,90	3,16	3,58	0,19	1,59	1,03	2,80	-1,90
<i>TAG intermedio I.</i>	0,13	0,60	0,31	0,03	0,30	0,09	0,42	-0,29
<i>POS</i>	28,36	29,35	17,09	5,97	14,75	4,90	25,62	2,74
<i>POO</i>	26,72	12,87	34,91	5,63	6,47	10,02	22,11	4,61
<i>PLS</i>	0,20	0,34	0,82	0,04	0,17	0,24	0,45	-0,25
<i>PLO</i>	0,04	0,19	0,09	0,01	0,10	0,03	0,13	-0,09
<i>Indefinido</i>	0,00	0,13	0,10	0,00	0,07	0,03	0,09	-0,09
<i>SSS</i>	0,00	0,00	0,16	0,00	0,00	0,05	0,05	-0,05
<i>SOS</i>	14,28	16,46	7,28	3,01	8,27	2,09	13,37	0,91
<i>SOO</i>	2,33	1,77	1,58	0,49	0,89	0,45	1,83	0,50
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,13	0,40	0,02	0,07	0,11	0,20	-0,12
<i>SLO</i>	0,00	0,15	0,06	0,00	0,08	0,02	0,09	-0,09
<i>Indefinido</i>	0,00	0,17	0,17	0,00	0,09	0,05	0,13	-0,13
<i>SOA</i>	0,03	0,28	0,04	0,01	0,14	0,01	0,16	-0,13
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>21,06</b>	<b>50,25</b>	<b>28,69</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 5 CRISTALIZADOR ENCHAQUETADO</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Merma s</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfas e</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	1,08	0,11	0,37	0,03	0,00	0,40	-0,02
<i>PPP</i>	0,58	0,95	0,11	0,56	0,03	0,00	0,59	-0,01
<i>MOP</i>	0,09	1,92	0,39	0,09	0,05	0,00	0,14	-0,05
<i>PPS + PSP</i>	0,05	0,95	0,06	0,05	0,03	0,00	0,07	-0,02
<i>POP</i>	25,83	23,63	27,78	25,14	0,63	0,00	25,77	0,06
<i>PLP</i>	0,90	6,25	1,01	0,88	0,17	0,00	1,04	-0,14
<i>TAG intermedio I.</i>	0,13	0,55	0,08	0,13	0,01	0,00	0,14	-0,01
<i>PSS</i>	0,00	0,71	0,00	0,00	0,02	0,00	0,02	-0,02
<i>POS</i>	28,36	25,92	11,21	27,60	0,69	0,00	28,29	0,07
<i>POO</i>	26,72	15,59	34,83	26,01	0,42	0,00	26,42	0,30
<i>PLS</i>	0,20	2,92	3,45	0,19	0,08	0,00	0,27	-0,07
<i>PLO</i>	0,04	0,69	0,10	0,04	0,02	0,00	0,06	-0,02
<i>Indefinido</i>	0,00	0,32	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	-0,01
<i>SSS</i>	0,00	0,32	0,00	0,00	0,01	0,00	0,01	-0,01
<i>SOS</i>	14,28	13,29	10,68	13,90	0,35	0,00	14,25	0,03
<i>SOO</i>	2,33	2,28	9,21	2,27	0,06	0,00	2,33	0,00
<i>SLS+OOO</i>	0,08	2,13	0,60	0,08	0,06	0,00	0,13	-0,05
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,50	0,02	0,03	0,01	0,00	0,04	-0,01
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>97,33</b>	<b>2,67</b>	<b>0,00</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 6 CRISTALIZADOR ENCHAQUETADO</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Merma s</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfas e</b>
TAG VOLATILES	0,38	1,96	1,32	0,16	0,39	0,52	1,06	-0,68
PPP	0,58	0,45	0,70	0,24	0,09	0,28	0,60	-0,02
MOP	0,09	0,50	1,68	0,04	0,10	0,66	0,80	-0,71
PPS + PSP	0,05	1,20	0,54	0,02	0,24	0,21	0,47	-0,42
POP	25,83	24,29	24,78	10,56	4,80	9,75	25,11	0,72
PLP	0,90	2,30	2,44	0,37	0,45	0,96	1,78	-0,88
TAG intermedio I.	0,13	0,90	0,35	0,05	0,18	0,14	0,37	-0,24
PSS	0,00	0,50	0,70	0,00	0,10	0,28	0,37	-0,37
POS	28,36	25,80	11,02	11,60	5,10	4,34	21,03	7,33
POO	26,72	13,10	30,20	10,93	2,59	11,88	25,40	1,32
PLS	0,20	3,78	4,06	0,08	0,75	1,60	2,43	-2,23
PLO	0,04	1,16	1,20	0,02	0,23	0,47	0,72	-0,68
Indefinido	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
SSS	0,00	0,73	0,39	0,00	0,14	0,15	0,30	-0,30
SOS	14,28	14,89	9,45	5,84	2,94	3,72	12,50	1,78
SOO	2,33	5,55	8,90	0,95	1,10	3,50	5,55	-3,22
SLS+OOO	0,08	2,30	1,03	0,03	0,45	0,41	0,89	-0,81
SLO	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Indefinido	0,00	0,59	0,56	0,00	0,12	0,22	0,34	-0,34
SOA	0,03	0,00	0,68	0,01	0,00	0,27	0,28	-0,25
AOO	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
TOTAL	100,00	100,00	100,00	40,89	19,76	39,35	100,00	0,00

## ANEXO E

### BASE DE CÁLCULO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA CADA ENSAYO DEL PRIMER SET

<i>ENSAYO 1 S1</i>				<i>Base de cálculo 100 g</i>				
<i>ANÁLISIS</i>	<i>Mezcla grasa</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Mermas</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Suma</i>	<i>Desfase</i>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,50	0,27	0,08	0,25	0,08	0,41	-0,03
<i>PPP</i>	0,58	0,76	0,60	0,12	0,38	0,18	0,68	-0,10
<i>MOP</i>	0,09	0,79	0,61	0,02	0,39	0,18	0,59	-0,50
<i>PPS + PSP</i>	0,05	0,14	0,17	0,01	0,07	0,05	0,13	-0,08
<i>POP</i>	25,83	21,83	21,89	5,33	10,88	6,47	22,67	3,16
<i>PLP</i>	0,90	1,14	0,37	0,19	0,57	0,11	0,86	0,04
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,03	0,00	0,00	0,03	0,10
<i>PSS</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>POS</i>	28,36	28,86	28,40	5,85	14,38	8,39	28,62	-0,26
<i>POO</i>	26,72	28,81	28,71	5,52	14,35	8,48	28,35	-1,63
<i>PLS</i>	0,20	0,66	2,53	0,04	0,33	0,75	1,12	-0,92
<i>PLO</i>	0,04	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,03
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	0,75	0,12	0,00	0,37	0,04	0,41	-0,41
<i>SOS</i>	14,28	15,40	15,69	2,95	7,67	4,63	15,25	-0,97
<i>SOO</i>	2,33	0,36	0,64	0,48	0,18	0,19	0,85	1,48
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,02	0,06
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>TOTAL</i>	100,00	100,00	100,00	20,64	49,82	29,54	100,00	0,00

<b>ENSAYO 2 S1</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Merzas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	1,70	0,24	0,14	0,55	0,07	0,76	-0,38
<i>PPP</i>	0,58	1,29	0,71	0,21	0,41	0,22	0,85	-0,27
<i>MOP</i>	0,09	1,16	0,83	0,03	0,37	0,26	0,66	-0,57
<i>PPS + PSP</i>	0,05	1,75	2,50	0,02	0,56	0,78	1,36	-1,31
<i>POP</i>	25,83	19,65	17,66	9,47	6,32	5,50	21,30	4,53
<i>PLP</i>	0,90	0,82	0,35	0,33	0,26	0,11	0,70	0,20
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,05	0,00	0,00	0,05	0,08
<i>PSS</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>POS</i>	28,36	29,11	11,73	10,40	9,36	3,66	23,42	4,94
<i>POO</i>	26,72	18,35	40,53	9,80	5,90	12,63	28,33	-1,61
<i>PLS</i>	0,20	0,80	0,98	0,07	0,26	0,31	0,64	-0,44
<i>PLO</i>	0,04	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,03
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	1,68	2,03	0,00	0,54	0,63	1,17	-1,17
<i>SOS</i>	14,28	16,60	9,52	5,24	5,34	2,97	13,54	0,74
<i>SOO</i>	2,33	7,09	11,66	0,85	2,28	3,63	6,77	-4,44
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,00	0,93	0,03	0,00	0,29	0,32	-0,24
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,33	0,00	0,00	0,10	0,10	-0,10
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>36,68</b>	<b>32,16</b>	<b>31,16</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 3 S1</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,22	0,43	0,20	0,07	0,06	0,34	0,04
<i>PPP</i>	0,58	0,64	0,81	0,31	0,21	0,12	0,63	-0,05
<i>MOP</i>	0,09	0,65	0,79	0,05	0,21	0,11	0,37	-0,28
<i>PPS + PSP</i>	0,05	1,64	1,70	0,03	0,53	0,24	0,80	-0,75
<i>POP</i>	25,83	18,96	19,01	13,82	6,11	2,71	22,64	3,19
<i>PLP</i>	0,90	0,33	1,37	0,48	0,11	0,20	0,78	0,12
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,07	0,00	0,00	0,07	0,06
<i>PSS</i>	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,01	0,01	-0,01
<i>POS</i>	28,36	22,75	15,54	15,18	7,33	2,22	24,72	3,64
<i>POO</i>	26,72	27,64	36,98	14,30	8,90	5,28	28,48	-1,76
<i>PLS</i>	0,20	0,88	3,80	0,11	0,28	0,54	0,93	-0,73
<i>PLO</i>	0,04	0,00	0,38	0,02	0,00	0,05	0,08	-0,04
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	0,56	1,79	0,00	0,18	0,26	0,44	-0,44
<i>SOS</i>	14,28	24,06	12,63	7,64	7,75	1,80	17,19	-2,91
<i>SOO</i>	2,33	1,09	4,71	1,25	0,35	0,67	2,27	0,06
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,47	0,00	0,04	0,15	0,00	0,19	-0,11
<i>SLO</i>	0,00	0,11	0,00	0,00	0,04	0,00	0,04	-0,04
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,02	0,01
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>53,52</b>	<b>32,20</b>	<b>14,28</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 4 S1</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,20	1,25	0,18	0,03	0,46	0,67	-0,29
<i>PPP</i>	0,58	0,74	0,50	0,27	0,13	0,18	0,58	0,00
<i>MOP</i>	0,09	0,52	1,94	0,04	0,09	0,71	0,84	-0,75
<i>PPS + PSP</i>	0,05	9,30	7,91	0,02	1,60	2,91	4,53	-4,48
<i>POP</i>	25,83	14,53	38,97	11,90	2,49	14,33	28,72	-2,89
<i>PLP</i>	0,90	1,42	4,66	0,41	0,24	1,71	2,37	-1,47
<i>TAG intermedio I.</i>	0,13	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,06	0,07
<i>PSS</i>	0,00	0,80	0,60	0,00	0,14	0,22	0,36	-0,36
<i>POS</i>	28,36	28,21	8,06	13,07	4,84	2,96	20,87	7,49
<i>POO</i>	26,72	18,50	27,64	12,31	3,17	10,16	25,65	1,07
<i>PLS</i>	0,20	0,83	0,00	0,09	0,14	0,00	0,23	-0,03
<i>PLO</i>	0,04	0,89	6,80	0,02	0,15	2,50	2,67	-2,63
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	2,01	0,00	0,00	0,34	0,00	0,34	-0,34
<i>SOS</i>	14,28	21,45	0,21	6,58	3,68	0,08	10,34	3,94
<i>SOO</i>	2,33	0,60	1,46	1,07	0,10	0,54	1,71	0,62
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,04	0,04
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>46,08</b>	<b>17,16</b>	<b>36,76</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>



<b>ENSAYO 5 S1</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,31	0,00	0,12	0,04	0,00	0,16	0,22
<i>PPP</i>	0,58	0,85	0,81	0,18	0,12	0,44	0,74	-0,16
<i>MOP</i>	0,09	1,24	1,00	0,03	0,18	0,54	0,75	-0,66
<i>PPS + PSP</i>	0,05	2,02	7,58	0,02	0,29	4,09	4,40	-4,35
<i>POP</i>	25,83	24,45	28,01	8,18	3,52	15,11	26,81	-0,98
<i>PLP</i>	0,90	2,53	4,49	0,28	0,36	2,42	3,07	-2,17
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,04	0,09
<i>PSS</i>	0,00	0,90	1,04	0,00	0,13	0,56	0,69	-0,69
<i>POS</i>	28,36	30,81	21,37	8,98	4,44	11,53	24,94	3,42
<i>POO</i>	26,72	11,80	32,77	8,46	1,70	17,68	27,83	-1,11
<i>PLS</i>	0,20	1,50	0,00	0,06	0,22	0,00	0,28	-0,08
<i>PLO</i>	0,04	2,19	0,00	0,01	0,32	0,00	0,33	-0,29
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	2,74	0,00	0,00	0,39	0,00	0,39	-0,39
<i>SOS</i>	14,28	17,12	0,37	4,52	2,47	0,20	7,19	7,09
<i>SOO</i>	2,33	0,03	2,56	0,74	0,00	1,38	2,12	0,21
<i>SLS+OOO</i>	0,08	1,11	0,00	0,03	0,16	0,00	0,19	-0,11
<i>SLO</i>	0,00	0,40	0,00	0,00	0,06	0,00	0,06	-0,06
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>31,66</b>	<b>14,40</b>	<b>53,94</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 6 S1</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,00	0,34	0,11	0,00	0,16	0,27	0,11
<i>PPP</i>	0,58	0,83	0,71	0,16	0,21	0,34	0,70	-0,12
<i>MOP</i>	0,09	0,93	0,57	0,03	0,23	0,27	0,53	-0,44
<i>PPS + PSP</i>	0,05	4,28	4,60	0,01	1,07	2,17	3,26	-3,21
<i>POP</i>	25,83	17,62	17,61	7,18	4,41	8,31	19,90	5,93
<i>PLP</i>	0,90	2,63	0,61	0,25	0,66	0,29	1,20	-0,30
<i>TAG intermedio I.</i>	0,13	0,00	0,00	0,04	0,00	0,00	0,04	0,09
<i>PSS</i>	0,00	0,58	0,05	0,00	0,15	0,02	0,17	-0,17
<i>POS</i>	28,36	24,32	20,80	7,88	6,08	9,82	23,78	4,58
<i>POO</i>	26,72	26,79	35,56	7,43	6,70	16,78	30,91	-4,19
<i>PLS</i>	0,20	3,88	0,00	0,06	0,97	0,00	1,03	-0,83
<i>PLO</i>	0,04	0,00	0,62	0,01	0,00	0,29	0,30	-0,26
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	2,07	2,35	0,00	0,52	1,11	1,63	-1,63
<i>SOS</i>	14,28	12,24	13,63	3,97	3,06	6,43	13,46	0,82
<i>SOO</i>	2,33	2,98	1,66	0,65	0,75	0,78	2,18	0,15
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,60	0,56	0,02	0,15	0,26	0,44	-0,36
<i>SLO</i>	0,00	0,25	0,33	0,00	0,06	0,16	0,22	-0,22
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>27,80</b>	<b>25,00</b>	<b>47,20</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

## ANEXO F

### BASE DE CÁLCULO DEL DISEÑO DE EXPERIMENTOS PARA CADA ENSAYO DEL SEGUNDO SET

<i>ENSAYO 1 S2</i>				<i>Base de cálculo 100 g</i>				
<i>ANÁLISIS</i>	<i>Mezcla grasa</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Mermas</i>	<i>Fracción sólida</i>	<i>Fracción líquida</i>	<i>Suma</i>	<i>Desfase</i>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,49	0,40	0,03	0,01	0,36	0,40	-0,02
<i>PPP</i>	0,58	0,75	0,92	0,05	0,01	0,83	0,89	-0,31
<i>MOP</i>	0,09	2,87	1,44	0,01	0,03	1,30	1,34	-1,25
<i>PPS + PSP</i>	0,05	1,97	3,21	0,00	0,02	2,91	2,93	-2,88
<i>POP</i>	25,83	23,40	19,19	2,15	0,27	17,37	19,79	6,04
<i>PLP</i>	0,90	2,40	2,10	0,08	0,03	1,90	2,00	-1,10
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,12
<i>PSS</i>	0,00	1,51	1,57	0,00	0,02	1,42	1,44	-1,44
<i>POS</i>	28,36	27,81	19,10	2,37	0,32	17,29	19,97	8,39
<i>POO</i>	26,72	5,89	27,29	2,23	0,07	24,70	27,00	-0,28
<i>PLS</i>	0,20	0,34	1,57	0,02	0,00	1,42	1,44	-1,24
<i>PLO</i>	0,04	3,09	2,56	0,00	0,04	2,32	2,36	-2,32
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	1,64	1,53	0,00	0,02	1,38	1,40	-1,40
<i>SOS</i>	14,28	26,01	14,46	1,19	0,30	13,09	14,58	-0,30
<i>SOO</i>	2,33	1,40	2,87	0,19	0,02	2,60	2,81	-0,48
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,43	0,80	0,01	0,00	0,72	0,74	-0,66
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,99	0,00	0,00	0,90	0,90	-0,90
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>TOTAL</i>	100,00	100,00	100,00	8,34	1,14	90,52	100,00	0,00

<b>ENSAYO 2 S2</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,32	0,28	0,06	0,01	0,22	0,30	0,08
<i>PPP</i>	0,58	0,61	0,82	0,09	0,03	0,65	0,77	-0,19
<i>MOP</i>	0,09	1,93	1,10	0,01	0,09	0,87	0,98	-0,89
<i>PPS + PSP</i>	0,05	6,26	2,72	0,01	0,29	2,16	2,46	-2,41
<i>POP</i>	25,83	13,97	22,67	4,12	0,65	18,00	22,77	3,06
<i>PLP</i>	0,90	2,80	2,34	0,14	0,13	1,86	2,13	-1,23
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,02	0,00	0,00	0,02	0,11
<i>PSS</i>	0,00	2,03	1,10	0,00	0,10	0,87	0,97	-0,97
<i>POS</i>	28,36	33,78	22,42	4,52	1,58	17,80	23,90	4,46
<i>POO</i>	26,72	8,53	22,87	4,26	0,40	18,15	22,81	3,91
<i>PLS</i>	0,20	2,02	1,19	0,03	0,09	0,94	1,07	-0,87
<i>PLO</i>	0,04	4,00	2,12	0,01	0,19	1,68	1,88	-1,84
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	3,82	2,52	0,00	0,18	2,00	2,18	-2,18
<i>SOS</i>	14,28	16,73	13,96	2,28	0,78	11,08	14,14	0,14
<i>SOO</i>	2,33	1,05	2,06	0,37	0,05	1,64	2,06	0,27
<i>SLS+OOO</i>	0,08	1,11	0,90	0,01	0,05	0,71	0,78	-0,70
<i>SLO</i>	0,00	1,04	0,93	0,00	0,05	0,74	0,79	-0,79
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,03
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>TOTAL</i>	100,00	100,00	100,00	15,94	4,68	79,38	100,00	0,00

<b>ENSAYO 3 S2</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,63	0,59	0,15	0,26	0,11	0,52	-0,14
<i>PPP</i>	0,58	0,70	0,80	0,23	0,29	0,15	0,67	-0,09
<i>MOP</i>	0,09	2,04	1,76	0,04	0,85	0,32	1,21	-1,12
<i>PPS + PSP</i>	0,05	3,60	3,03	0,02	1,50	0,56	2,07	-2,02
<i>POP</i>	25,83	18,99	17,37	10,35	7,89	3,19	21,43	4,40
<i>PLP</i>	0,90	2,47	3,45	0,36	1,03	0,63	2,02	-1,12
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,05	0,00	0,00	0,05	0,08
<i>PSS</i>	0,00	3,96	1,09	0,00	1,65	0,20	1,85	-1,85
<i>POS</i>	28,36	19,91	21,33	11,36	8,27	3,92	23,56	4,80
<i>POO</i>	26,72	22,83	26,63	10,70	9,49	4,89	25,09	1,63
<i>PLS</i>	0,20	1,86	2,08	0,08	0,77	0,38	1,24	-1,04
<i>PLO</i>	0,04	2,72	2,86	0,02	1,13	0,53	1,67	-1,63
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	2,54	1,54	0,00	1,06	0,28	1,34	-1,34
<i>SOS</i>	14,28	16,32	11,03	5,72	6,78	2,03	14,53	-0,25
<i>SOO</i>	2,33	0,99	6,44	0,93	0,41	1,18	2,53	-0,20
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,44	0,00	0,03	0,18	0,00	0,21	-0,13
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>40,06</b>	<b>41,56</b>	<b>18,38</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 4 S2</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,20	0,29	0,17	0,09	0,03	0,29	0,09
<i>PPP</i>	0,58	0,42	0,46	0,26	0,19	0,05	0,50	0,08
<i>MOP</i>	0,09	0,74	0,82	0,04	0,33	0,09	0,46	-0,37
<i>PPS + PSP</i>	0,05	1,07	1,04	0,02	0,47	0,11	0,61	-0,56
<i>POP</i>	25,83	19,06	18,64	11,60	8,41	2,05	22,05	3,78
<i>PLP</i>	0,90	1,79	0,60	0,40	0,79	0,07	1,26	-0,36
<i>TAG intermedio I.</i>	0,13	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,06	0,07
<i>PSS</i>	0,00	0,50	0,72	0,00	0,22	0,08	0,30	-0,30
<i>POS</i>	28,36	31,75	29,50	12,73	14,00	3,25	29,98	-1,62
<i>POO</i>	26,72	11,60	20,48	12,00	5,12	2,25	19,37	7,35
<i>PLS</i>	0,20	0,85	0,00	0,09	0,37	0,00	0,46	-0,26
<i>PLO</i>	0,04	1,30	0,00	0,02	0,57	0,00	0,59	-0,55
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	1,76	1,96	0,00	0,78	0,22	0,99	-0,99
<i>SOS</i>	14,28	28,80	15,96	6,41	12,70	1,76	20,87	-6,59
<i>SOO</i>	2,33	0,16	8,01	1,05	0,07	0,88	2,00	0,33
<i>SLS+OOO</i>	0,08	0,00	0,64	0,04	0,00	0,07	0,11	-0,03
<i>SLO</i>	0,00	0,00	0,88	0,00	0,00	0,10	0,10	-0,10
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	100,00	100,00	100,00	44,90	44,10	11,00	100,00	0,00

<b>ENSAYO 7 S2</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,08	0,00	0,19	0,03	0,00	0,22	0,16
<i>PPP</i>	0,58	0,44	0,73	0,29	0,17	0,09	0,55	0,03
<i>MOP</i>	0,09	0,87	0,60	0,04	0,33	0,07	0,45	-0,36
<i>PPS + PSP</i>	0,05	2,98	1,27	0,02	1,13	0,16	1,31	-1,26
<i>POP</i>	25,83	16,44	17,42	12,82	6,24	2,16	21,22	4,61
<i>PLP</i>	0,90	0,58	1,28	0,45	0,22	0,16	0,83	0,07
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,06	0,00	0,00	0,06	0,07
<i>PSS</i>	0,00	0,51	1,01	0,00	0,19	0,13	0,32	-0,32
<i>POS</i>	28,36	25,90	24,14	14,07	9,83	3,00	26,90	1,46
<i>POO</i>	26,72	22,76	33,74	13,26	8,64	4,19	26,09	0,63
<i>PLS</i>	0,20	0,68	1,04	0,10	0,26	0,13	0,49	-0,29
<i>PLO</i>	0,04	0,00	2,19	0,02	0,00	0,27	0,29	-0,25
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	0,49	1,20	0,00	0,19	0,15	0,34	-0,34
<i>SOS</i>	14,28	22,73	11,35	7,09	8,63	1,41	17,12	-2,84
<i>SOO</i>	2,33	4,20	2,91	1,16	1,59	0,36	3,11	-0,78
<i>SLS+OOO</i>	0,08	1,16	1,06	0,04	0,44	0,13	0,61	-0,53
<i>SLO</i>	0,00	0,18	0,06	0,00	0,07	0,01	0,08	-0,08
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>49,62</b>	<b>37,96</b>	<b>12,42</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>

<b>ENSAYO 8 S2</b>				<b>Base de cálculo 100 g</b>				
<b>ANÁLISIS</b>	<b>Mezcla grasa</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Mermas</b>	<b>Fracción sólida</b>	<b>Fracción líquida</b>	<b>Suma</b>	<b>Desfase</b>
<i>TAG VOLATILES</i>	0,38	0,41	0,11	0,15	0,14	0,03	0,32	0,06
<i>PPP</i>	0,58	0,69	0,73	0,23	0,24	0,18	0,66	-0,08
<i>MOP</i>	0,09	1,19	0,83	0,04	0,42	0,21	0,66	-0,57
<i>PPS + PSP</i>	0,05	2,91	4,04	0,02	1,03	1,01	2,05	-2,00
<i>POP</i>	25,83	16,56	16,17	10,28	5,84	4,04	20,15	5,68
<i>PLP</i>	0,90	0,73	0,55	0,36	0,26	0,14	0,75	0,15
<i>TAG intermedio 1.</i>	0,13	0,00	0,00	0,05	0,00	0,00	0,05	0,08
<i>PSS</i>	0,00	1,05	1,17	0,00	0,37	0,29	0,66	-0,66
<i>POS</i>	28,36	25,37	23,00	11,29	8,94	5,74	25,97	2,39
<i>POO</i>	26,72	23,08	27,23	10,63	8,13	6,80	25,56	1,16
<i>PLS</i>	0,20	1,57	1,45	0,08	0,55	0,36	0,99	-0,79
<i>PLO</i>	0,04	1,49	1,25	0,02	0,53	0,31	0,85	-0,81
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SSS</i>	0,00	1,70	3,30	0,00	0,60	0,82	1,42	-1,42
<i>SOS</i>	14,28	21,09	14,93	5,68	7,43	3,73	16,84	-2,56
<i>SOO</i>	2,33	0,79	3,70	0,93	0,28	0,92	2,13	0,20
<i>SLS+OOO</i>	0,08	1,29	0,53	0,03	0,45	0,13	0,62	-0,54
<i>SLO</i>	0,00	0,08	1,01	0,00	0,03	0,25	0,28	-0,28
<i>Indefinido</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<i>SOA</i>	0,03	0,00	0,00	0,01	0,00	0,00	0,01	0,02
<i>AOO</i>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
<b>TOTAL</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>100,00</b>	<b>39,80</b>	<b>35,24</b>	<b>24,96</b>	<b>100,00</b>	<b>0,00</b>