

PRODUCCIÓN DE JABÓN PARA MANOS A PARTIR DE ACEITE DE GIRASOL
RECICLADO

ANDRES FELIPE CLAVIJO SIERRA
KAREN DANIELA BELTRÁN ZAMORA

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

Director

OSCAR LIBARDO LOMBANA CHARFUELAN
INGENIERO QUÍMICO

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

2023

NOTA DE ACEPTACIÓN

Nombre

Director de Trabajo de grado

Nombre

Jurado 1

Nombre

Jurado 2

Bogotá D.C, septiembre de 2023

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente y Rector del Claustro

Dr. Mario Posada García – Peña

Consejero Institucional

Dr. Luis Jaime Posada García – Peña

Vicerrectoría Académica y de Investigaciones

Dra. Alexandra Mejía Guzmán

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ricardo Alfonso Peñaranda Castro

Secretario General

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decana de la Facultad de Ingenierías

Ing. Naliny Patricia Guerra Prieto

Directora del Programa de Ingeniería Química

Ing. Nubia Liliana Becerra Ospina

Las directivas del claustro de la Fundación 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 a los autores.

DEDICATORIA

El presente trabajo lo dedicó a mis padres, Lino Beltrán y Martha Zamora, quienes me han acompañado en esta larga y dura travesía no solo llamada Universidad, si no, vida, gracias a ellos he podido levantarme y seguir con la frente en alto, por su inmerso amor y compañía, soy lo que soy hoy en día.

A todas las personas que me han brindado una mano amiga, juntos forjamos un camino de alegrías, sufrimientos y grandes conocimientos.

A mis amigas/os con los que viví momentos especiales que siempre voy a recordar con mucha emoción e ilusión, que me levantaron y por más difícil que fuera el camino jamás dejaron rendirme.

- Karen Daniela Beltrán Zamora

Dedico este logro principalmente a Dios por darme la oportunidad de terminar esta etapa y por llenarme de fortaleza en cada paso que doy. A mi familia por sus palabras de aliento, porque creyeron en mi capacidad y esfuerzo para alcanzar siempre lo propuesto, por su amor y apoyo incondicional.

- Andrés Felipe Clavijo Sierra

AGRADECIMIENTOS

Principalmente le agradezco a mis padres Lino Beltrán y Martha Zamora, quienes han sido mi mejor guía y mi mayor apoyo en la escuela de la vida, siempre dándome los mejores consejos, con su amor, dedicación y esfuerzo soy la profesional integra que soy hoy.

Agradezco a la Institución educativa Fundación Universidad De América, que me brindó la oportunidad de convertirme en una profesional. A los docentes por transmitirme sus conocimientos y darme mensajes de apoyo cuando veía el camino muy complicado, por compartirme su amor por la carrera y hacer que me enamorara de ella.

Doy inmensas gracias a mi novio, quien, al ser mi compañero de vida, nunca me dejó caer y siempre fue mi mejor aliado.

Finalmente doy las gracias a aquellas personas que permitieron alcanzar esta meta propuesta y que fuera obtenida con total éxito.

- Karen Daniela Beltrán Zamora

Agradezco a mis padres que me apoyaron en cada paso que he dado y su esfuerzo, ya que por ellos estoy aquí, a mi hermana por su ayuda y apoyo cada vez que lo necesite. A mis compañeros que hicieron mi estancia en la universidad la más agradable y todos los momentos vividos con las personas que conocí.

- Andrés Felipe Clavijo Sierra

TABLA DE CONTENIDO

	Pág.
RESUMEN	11
INTRODUCCIÓN	12
1. OBJETIVOS	13
1.1 Objetivo general	13
1.2 Objetivos específicos	13
2. MARCO REFERENCIAL	14
2.1 Marco legal	14
2.1.1 <i>Para el aceite</i>	14
2.1.2 <i>Para el jabón</i>	14
2.2 Marco teórico	15
2.2.1 <i>Aceite de girasol</i>	15
2.2.2 <i>Purificación del aceite de girasol quemado</i>	16
2.2.3 <i>Proceso de saponificación</i>	17
3. ESPECIFICACIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN PARA LA OBTENCIÓN DE JABÓN A PARTIR DE ACEITE DE GIRASOL RECICLADO	20
3.1 Caracterización de la materia prima	21
3.1.1 <i>Recolección del aceite de girasol</i>	21
3.1.2 <i>Procesos de purificación del aceite</i>	21
3.1.3 <i>Propiedades fisicoquímicas a analizar</i>	23
3.2 Análisis de influencia de variables de proceso en el porcentaje de obtención de jabón	30
3.2.1 <i>Diseño pre-experimental y experimentación de alternativas</i>	30
3.3 Caracterización del producto	48
3.3.1 <i>Pruebas de control de calidad de jabón en barra</i>	48

3.3.2	<i>Análisis de resultados de pruebas de calidad del producto terminado</i>	49
4.	CONCLUSIONES	59
	BIBLIOGRAFÍA	60
	ANEXOS	65

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1 <i>Mecanismo de reacción de saponificación. Fuente</i>	17
Figura 2 <i>Conductividad eléctrica de la materia prima</i>	24
Figura 3 <i>Diagrama genérico de la distribución asimétrica de Fisher</i>	37
Figura 4 <i>Diagrama de ejecución de alternativas para el diseño de experimentos</i>	37
Figura 5 <i>Análisis pH</i>	49
Figura 6 <i>Peso de muestra, saponificación</i>	50
Figura 7 <i>Peso de muestra, prueba de espuma</i>	52
Figura 8 <i>Medición, prueba de espuma</i>	53
Figura 9 <i>Requisitos del jabón</i>	55

LISTA DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1 <i>Propiedades Fisicoquímicas del aceite vegetal</i>	16
Tabla 2 <i>Propiedades Fisicoquímicas del Jabón a base de aceite de girasol</i>	18
Tabla 3 <i>Proceso de filtración al vacío</i>	22
Tabla 4 <i>Proceso de purificación</i>	23
Tabla 5 <i>Índice de acidez</i>	25
Tabla 6 <i>Porcentaje de acidez esperado</i>	26
Tabla 7 <i>Índice de saponificación</i>	27
Tabla 8 <i>Proceso de determinación de densidad</i>	29
Tabla 9 <i>Clasificación de las variables involucradas en el proceso de acuerdo a sus características.</i>	
<i>Material propio</i>	34
Tabla 10 <i>Datos de porcentaje de jabón obtenido en la experimentación para cada una de las alternativas propuestas</i>	41
Tabla 11 <i>Ecuaciones sumas de cuadrados y cuadrados medios</i>	42
Tabla 12 <i>Resumen de datos de los cálculos para cada ecuación, usando como referencia los datos de la Tabla 9</i>	44
Tabla 13 <i>Resultados de los cálculos del análisis de varianza para los diferentes valores del porcentaje de aceite, usando como referencia los datos de la Tabla 10</i>	45
Tabla 14 <i>Resultados factor teórico de F con significancia del 0,05 para los factores e interacciones entre factores</i>	46
Tabla 15 <i>Porcentaje de jabón según el tipo de álcali</i>	47
Tabla 16 <i>Comparación Saponificación</i>	51
Tabla 17 <i>Información prueba de humedad</i>	54
Tabla 18 <i>Información prueba material insoluble en alcohol</i>	56
Tabla 19 <i>Información prueba Determinación de alcalinidad libre</i>	57
Tabla 20 <i>Datos para cálculos de proceso de saponificación</i>	66
Tabla 21 <i>Datos obtenidos para proceso de saponificación</i>	67
Tabla 22 <i>Pruebas de diseño experimental</i>	78
Tabla 23 <i>Resultado de la ruta de experimento establecida</i>	79

RESUMEN

La gran cantidad de residuos que produce el aceite de girasol saturado y sobresaturado genera problemas de salud en los seres humanos, además de desencadenar inconvenientes por contaminación en el medio ambiente, ya sea por mal desecho o por mala administración del mismo. Por esta razón, se toma la decisión de utilizarlo como materia prima para el proceso de producción de jabón en barra, donde se tiene en cuenta las diferentes etapas de purificación para que sea óptimo para el uso deseado en este trabajo de grado.

La obtención del producto deseado se establece a partir de ocho (8) rutas de reacción llevadas a escala laboratorio, ya que cada ruta es única, de la cual se obtienen variables para el desarrollo del mismo, por lo que, se muestra como cada ruta sirve para poder desarrollar el producto, sin embargo, no todas tienen la capacidad de desarrollar la misma cantidad del producto deseado, por eso se busca determinar cuál de estas es la más óptima para el mismo. Posteriormente se realizan pruebas de calidad para evidenciar un jabón en barra de tipo I a base de la ruta de reacción elegida.

INTRODUCCIÓN

Se plantea este proyecto como una alternativa para trabajar el aceite de girasol usado en hogares colombianos, donde generalmente se convierte en desecho. De ahí, se evidencia una situación preocupante, pues es muy contaminante, ya que, al ser vertido por los desagües, contamina el agua y los suelos por su composición química. Se entiende que, por cada litro de aceite, se contaminan alrededor de 1000 L de agua potable, esto debido que en el momento que llega este mismo a los suelos, genera contaminación, destruyendo a su paso el humus, matando la materia viva que hay en él, además de disminuir su fertilidad. Por infiltración contamina las aguas subterráneas haciéndolas inadecuadas para el uso humano y riego. [16]

Como propuesta, se busca dar una alternativa al vertimiento generado, pues se evidencia una gran afectación de los ecosistemas con daños reversibles, pero en el peor de los casos irreversibles, por ello se plantea poner en práctica los objetivos de desarrollo sostenible (ODS), se planean dos, la primera es la número 12 “producción y consumo responsable”, y la segunda es la número 14 “vida submarina”, donde se busca la conservación y el restablecimiento de los ecosistemas que pueden llegar a estar en peligro de contaminación adicionalmente, esta sustancia grasa puede llegar a cubrir la piel y las branquias de los peces, generándoles asfixia y la muerte.

De acuerdo a la información anterior, se plantea desarrollar una alternativa para el proceso de obtención de jabón en barra a partir del aceite de girasol reciclado y así, determinar las mejores condiciones de operación. Para ello, se realiza un diagnóstico inicial del proceso, un pretratamiento y evaluación de las propiedades de la materia prima que en este caso será el aceite de girasol, pero purificado, posterior a esto se desarrolla una metodología para convertirlo en nuestro producto deseado.

Como se planea desarrollar un jabón para el uso humano, se tendrán que realizar diversas pruebas que nos confirmen que, si es apto para su uso, ya que la piel es muy delicada, por el cual se garantizara un producto adecuado el contenga todas sus propiedades características de un jabón.

Se debe tener en cuenta que es un trabajo que busca mejorar un proceso productivo de jabón para ayudar al medio ambiente.

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo general

Producir jabón en barra apto para el uso humano a base de aceite de girasol reciclado.

1.2 Objetivos específicos

- Desarrollar los procesos fisicoquímicos necesarios para la evaluación de la materia prima teniendo en cuenta el tratamiento de la misma.
- Realizar a escala laboratorio la transformación del aceite a un producto final deseado.
- Evaluar el producto mediante pruebas de control de calidad.

2. MARCO REFERENCIAL

Para poder desarrollar con éxito el jabón se deben tener en cuenta varias cosas iniciales, esto debido que dependen de varios factores los cuales podrían alterar el resultado final deseado.

2.1 Maco legal

2.1.1 Para el aceite

- Resolución 1188 del 2003

El cuál tiene como objeto adoptar un manual de normas y procedimientos para la gestión de aceites usados en el distrito capital, como los procedimientos, obligaciones y prohibiciones a seguir como lo son, su manejo, su almacenamiento, su recolección con el fin de minimizar los riesgos, garantizar la seguridad y proteger la vida, la salud humana y el ambiente. [12]

- Resolución 2154 del 2012

Reglamento técnico a través del cual se señalan los requisitos sanitarios que deben cumplir los aceites y grasas para su transporte y almacenamiento. [14]

- Resolución 0316 del 2018

El cual establece las disposiciones para la adecuada gestión de los aceites de cocina usados y es aplicado a los productores, distribuidores y comercializadores de aceites vegetales comestibles. [13]

2.1.2 Para el jabón

- Resolución 1974 del 2008

Establecer el reglamento técnico a través del cual se señalan los requisitos y métodos de ensayo aplicables a detergentes, jabones de uso doméstico, con el fin de prevenir posibles riesgos a la salud individual y colectiva. [15]

Se debe tener en cuenta que las normatividades planteadas en el presente inciso del documento, buscan informar acerca de la recolección propia & almacenamiento, el cual tiene como objetivo ser transformado, para así ser usado como materia prima del producto deseado del proyecto.

2.2 Marco teórico

2.2.1 *Aceite de girasol*

Los aceites vegetales se pueden definir como una mezcla de triglicéridos extraídos de distintos vegetales por distintos procesos físicos, las etapas del proceso de elaboración de este aceite es la recepción del grano, donde se realiza un control de calidad fisicoquímico y sanitario, se busca que esté libre de granos dañados por insectos u hongos. Se estima que la producción internacional del aceite de girasol ronda entre los 11,65 millones de toneladas los cuales en Colombia se alcanza a producir un millón de toneladas al año [38], los cuales estiman que la cantidad de residuo que se genera alcanza los 100 millones de litros o 90.000 toneladas al año, ya que estos, vertidos tienen un elevado contenido de carga contaminante, puesto que, al entrar en contacto con el agua disminuyen la cantidad de oxígeno y su calidad generando riesgo para las especies presentes en ese ecosistema. Además del costo para purificar un litro de agua contaminado de aceite es 700 veces superior al tratamiento de un litro de agua residual. [39]

El proceso para la obtención de este aceite comienza con el almacenamiento, donde la humedad debe ser igual o menor al 14%, previniendo las reacciones de alteración, posteriormente se realiza la limpieza donde se eliminan cuerpos extraños. Este último proceso se puede realizar por separación de tamaño o tamizado, separación por densidad (por corrientes de aire), separación magnética si hay semillas con cuerpos extraños y finalmente se hace la molienda por decantadores, donde por impacto se separa la cáscara de la pulpa, de allí, esta se utiliza como combustible en las calderas. [17]

El aceite de girasol puede tornarse de color amarillo rojizo o amarillo claro, depende de la temperatura de prensado, donde, por lo general son casi inoloros.

Para la obtención del aceite se realiza un pretratamiento que implica la esterilización de la cosecha en este caso las semillas, después se hace la extracción del aceite; con las semillas molidas se mezclan con agua para que el aceite flote y sea recogido y después se realiza una deshidratación. Se continúa con la etapa de triturado, este puede hacer con prensado en frío prensado mecánico o por extracción química, pero se prefiere el prensado en frío ya que no pasa de los 40°C y finalmente el almacenado del mismo.

El refinado produce un aceite comestible con las características deseadas por los consumidores, como sabor y olor suaves, aspecto limpio, color claro, estabilidad frente a la oxidación e idoneidad para freír. Los dos principales sistemas de refinado son el refinado alcalino y el refinado físico (arrastre de vapor, neutralización destilativa), que se emplean para extraer los ácidos grasos libres.

El punto de fusión esta entre -16 °C a -18 °C, el punto de inflamación es de 316 °C y el punto de ebullición es de 232 °C, el cual contiene lecitinas, vitamina E, vitamina A, proteínas y la vida útil es de aproximadamente 12 meses. [17].

Propiedades del aceite de girasol

Tabla 1

Propiedades Fisicoquímicas del aceite vegetal

PROPIEDAD	UNIDAD	RANGO DE VALOR
Densidad	g/ml	0,918 ± 0,02
Conductividad eléctrica	µs/cm	0.0
Índice de acidez	%	<1
Índice de saponificación	%	187 a 192
Color	N.A	Amarillo claro, posterior al prensado, color amarillo rojizo
Olor	N.A	Inodoro
Vida útil	Meses	12
Punto de fusión	°C	-16 a -18
Punto de inflamación	°C	316
Punto de ebullición	°C	232

Nota. La tabla presenta las propiedades del aceite vegetal

2.2.2 Purificación del aceite de girasol quemado

Los aceites saturados y sobresaturados representan un gran problema ambiental, ya que un pequeño porcentaje de estos aceites se recoge como vertido controlado, sin embargo, la mayor parte de estos residuos no son vertidos correctamente, lo que representa una carga añadida para las aguas residuales, lo que significa un problema socio ambiental.

Se busca desarrollar un proceso, donde el aceite reciclado sea la materia prima en biotransformaciones para obtener productos industriales de valor añadido, como en este caso, la producción de jabón. [20]

La manera en la que se busca purificar la materia prima en este proyecto, es por medio de un acondicionamiento mediante diferentes operaciones.

Se comienza con la filtración, donde se busca separar las partículas tanto grandes como pequeñas del aceite, esto con el fin de limpiar de manera efectiva el aceite; la prueba se realiza al vacío para acelerar el proceso, esto debido que se está manipulando un aceite y es medianamente denso, lo cual genera más tiempo. [18]

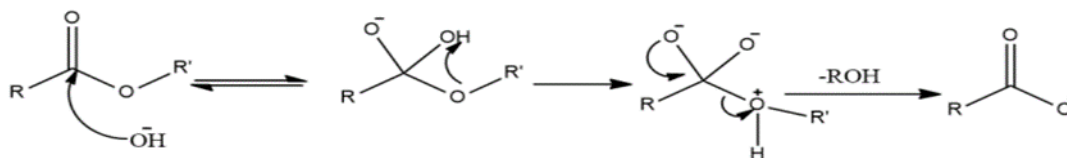
Finalmente se realizará el proceso de destilación simple el cual se usa para la purificación de líquidos, es útil para la eliminación de impurezas no volátiles y para separar líquidos con puntos de ebullición cercana. Se utiliza este tipo de procesos que evita el uso de ácidos minerales fuertes que son habitualmente usados en estos casos de purificación. [19]

2.2.3 *Proceso de saponificación*

La saponificación es una reacción en medio básico, por lo general se usa una base inorgánica, un aceite o grasa para generar glicerina y sales de ácidos carboxílicos de cadena larga, más conocidos como jabones (Wade, 2011). Esta reacción solo puede realizarse con los lípidos saponificables, es decir, aquellos que están formados por la condensación de varios ácidos grasos con un alcohol, generando un éster (Garrido et al. 2006). [22].

Figura 1

Mecanismo de reacción de saponificación. Fuente



Nota. La figura presenta los mecanismos de reacción de saponificación. Tomado de. [32] Br. Sevilla Richar, "Análisis Físicoquímico De Productos Farmacéuticos", Trabajo de grado, Universidad de Carabobo, Carabobo, 2013.

El mecanismo general de la reacción es igual a la hidrólisis básica de un éster pequeño, en la cual se da un ataque nucleofílico al carbonilo con un ion hidroxilo, impulsado por la deficiencia electrónica del carbono producida por la presencia del oxígeno del doble enlace, haciéndolo altamente electrofílico. Cabe resaltar que el hidroxilo es más nucleófilo, porque su comportamiento tiene afinidad con el agua. Sin embargo, este proceso se da por el centro electrofílico (McMurry, 2012). Posteriormente se realiza una reacción ácido-base intramolecular (transferencia de protón) que genera un di anión, el cual es responsable de la fuerza impulsora de la reacción para regenerar el doble enlace y eliminar el alcohol formado, generando un anión carboxilato que actuará como jabón (Pohl, Streff, & Brokman, 2012)

Durante el proceso de elaboración de un jabón de tocador, se deben tener en cuenta diferentes parámetros; entre estos, la limpieza de la materia prima para eliminar las impurezas o sustancias extrañas que pueda cambiar la composición del producto final deseado, esto por medio de las operaciones unitarias de filtración y destilación.

Es fundamental la selección de la base, puesto que los distintos hidróxidos generan una buena solidificación y es primordial para la obtención de una consistencia dura. (Bombón & Arbuja, 2014),

En el proceso de elaboración del jabón, se debe calentar la solución del material graso y la solución acuosa, donde propiedades como la agitación debe ser continua hasta obtener la saponificación total, si es necesario, se debe agregar más álcali lo cual puede tardar entre 2 a 3 horas para la formación del producto con una alta eficiencia. [21]

Como se ve en la tabla 2 se observa las propiedades del jabón

Propiedades del jabón

Tabla 2

Propiedades Fisicoquímicas del Jabón a base de aceite de girasol

PROPIEDAD	UNIDAD	RANGO DE VALOR
pH	NA	5.5 a 8.0
Saponificación	NA	Mezcla clara y sin rastro de gotas de grasa

Espuma	cm	$\geq 1,5$
Humedad (T=105°C)	%	Max 25
Material insoluble en alcohol	%	Max 12
Determinación de alcalinidad libre	%	Max 0.1

Nota. La tabla presenta las propiedades fisicoquímicas del jabón a base de aceite de girasol

3. ESPECIFICACIÓN DEL PROCESO DE PRODUCCIÓN PARA LA OBTENCIÓN DE JABÓN A PARTIR DE ACEITE DE GIRASOL RECICLADO

Este capítulo proporciona la especificación del proceso para la obtención de jabón a base de aceite reciclado.

Como primer paso se tiene la recolección del aceite usado y la limpieza del mismo; para ello se dio inicio con una serie de procesos de pretratamiento para lograr obtener aceite de girasol sin residuos de alimentos: filtración y purificación. Luego se determinan las propiedades de caracterización de la materia prima: conductividad, densidad, índice de acidez, índice de saponificación. Los aceites usados son procesados y desodorizados para eliminar sustancias extrañas e impurezas, más conocidas como trazas, estos procesos se realizan para evitar cambios en la composición y olor del jabón. [18]

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos, se realizó un análisis de influencia de variables de proceso en el porcentaje de jabón obtenido; primero con ayuda de un diseño experimental factorial de 23, empleando la información teórica presentada y hallada en la literatura para el desarrollo del proceso de obtención de jabón de tocador, encontrando las variables más influyentes para este proceso: tipo de álcali, temperatura de saponificación y temperatura de separación. El álcali (NaOH o KOH) se considera una base fundamental ya que proporciona a los jabones una consistencia dura entre otras propiedades. La temperatura a la cual se realizará el proceso de saponificación, ya que se puede realizar de manera artesanal en frío ya que es más sencillo y práctico o en caliente como en la industria debido a que es más apto, ya que por excelencia permite la circulación de materias primas no reaccionantes y se obtiene un producto final más refinado. La temperatura de separación, debido a que esta determina la rapidez de separación entre los componentes (jabón, aceite y glicerina) que se obtienen después de la reacción del aceite y el álcali para obtener el jabón. [21]

Finalmente se realizan las pruebas de control de calidad al producto terminado. Los cuales indican que el proceso elegido y realizado fue el indicado, por ende, es apto para el uso. Con la mayor cantidad de jabón obtenido y por medio de la alternativa seleccionada según el diseño experimental se realizan pruebas de caracterización: pH, saponificación, prueba de espuma, prueba de humedad, materia insoluble en alcohol, determinación de alcalinidad libre; con el fin de obtener el proceso que brinde un jabón en barra de alta calidad.

Para el presente proyecto se tuvo en cuenta procesos sanitarios como el uso de EPPs, la correcta limpieza de los materiales correspondientes en la realización del producto deseado, entre otros.

Se debe tener en cuenta que se necesitan las cantidades específicas para obtener la cantidad de jabón deseado, por ello, se propone el peso molecular de los álcalis elegidos. (Ver Anexo 7.1).

3.1 Caracterización de la materia prima

Para la realización de estas pruebas de caracterización de las materias primas, se contó con el apoyo del laboratorio de la Universidad de América ubicado en la Avda. Circunvalar No. 20-53.

3.1.1 Recolección del aceite de girasol

El aceite se recolecto periódicamente en los hogares, luego de haberse utilizado tres veces y se almaceno en frascos de vidrio en la nevera una temperatura entre 3°C y 4°C para su óptima conservación. Se obtuvo un total de 2 litros, muestra que se llevó al laboratorio para realizar las diferentes pruebas.

3.1.2 Procesos de purificación del aceite

Para poder convertir el aceite saturado en una materia prima apta, se debe purificar, por lo que se realizan 2 procesos. De igual manera se realizan unas pruebas fisicoquímicas para revisar si el aceite purificado cumple con las condiciones necesarias para ser usada en el proceso de producción del jabón, si el aceite no cumple podría afectar el proceso.

El primer paso que se realizó para el proceso de purificación fue la filtración al vacío, donde se busca la separación de las partículas suspendidas del aceite de girasol reciclado para luego proseguir con el proceso de destilación simple para eliminar cualquier tipo de traza alimenticia y rastro de olor proveniente de la saturación del mismo.

3.1.2.a Filtración al vacío. El proceso de filtración al vacío se realiza con la finalidad de eliminar cualquier presencia de partículas suspendidas en el aceite de girasol. Ver Anexo 7.2.1.1.

Tabla 3

Proceso de filtración al vacío

PROCESO DE FILTRACION AL VACIO			
			
PROCESO DE FILTRACION	POSTERIOR A FILTRACION	PESO INCIAL PAPEL FILTRO	PESO FINAL PAPEL FILTRO

Nota. La tabla presenta el proceso de filtración al vacío

Como se evidencia, el aceite sufre el proceso de filtración y no se observa presencia de partículas extrañas, sin embargo, se procede a realizar el siguiente calculo:

$$Filtracion = \frac{P_F - P_o}{P_F} * 100$$

Ecuación 1. Filtración al vacío. Tomada de NTC 218.

Donde:

P_o = Es el peso del papel filtro antes del proceso de filtración al vacío.

P_F = Es el peso del papel filtro posterior al proceso de filtración.

Por lo que:

$$Filtracion = \frac{(0,784 - 0,331)g}{0,784 g} * 100$$



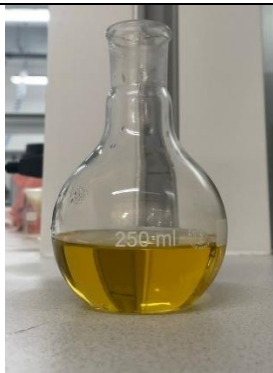
$$Filtracion = 57,78\%$$

A partir de la filtración del aceite de girasol reciclado, se determina una retención de partículas del 57,78%, por ello se evidencia un proceso exitoso

3.1.2.b Destilación. Se procede a realizar el proceso de destilación con el fin de eliminar cualquier tipo de traza alimenticia y así, purificar el aceite.

Tabla 4

Proceso de purificación

PROCESO DE PURIFICACIÓN		
		
MONTAJE DE DESTILACIÓN	POSTERIOR AL PROCESO	EN REPOSO Y LISTO PARA USO

Nota. La tabla presenta el proceso de purificación del aceite

Como se evidencia, el refrigerante absorbe las trazas rechazadas, donde se evidencia un correcto proceso de purificación y obtención del aceite deseado para la preparación del producto deseado.

Se opta por la destilación simple, pues se obtiene una mayor eficiencia y pureza en el aceite, no se obtendrá un 100%, esto debido que pasa por un cambio físico extremo y se debe tener en cuenta que es un aceite reciclado sobresaturado, por lo cual no se puede recuperar completamente el aceite, pues no tendrá las mismas propiedades iniciales.

La técnica elegida se emplea para separar sustancias de una mezcla que posee un punto de ebullición elevado y que se descompone al destilar, por lo cual, es ideal para el tratamiento y purificación de un compuesto orgánico de una mezcla de reacción, como en el caso presentado, el aceite de girasol sobresaturado. [40]

3.1.3 Propiedades fisicoquímicas a analizar

Para la producción del jabón en barra se deben llevar a cabo distintos análisis fisicoquímicos al aceite de girasol reciclado que se ha recolectado, por ello se realizaran las siguientes pruebas.

3.1.3.a Pruebas fisicoquímicas de la materia prima

- **Conductividad Eléctrica:** Se trata de una propiedad física que se encarga de medir la electricidad de un solvente, en el caso, aceite de girasol usado en hogares colombianos. Ver tabla 1 y anexo 7.2.1.2.

El aceite de girasol no posee conductividad eléctrica mayor o menor a cero, puesto que no es una sustancia conductora de electricidad.

Figura 2

*Conductividad eléctrica
de la materia prima*



Nota. La figura presenta la conductividad eléctrica de la materia prima

Tal como se evidencia en la imagen 4, la conductividad eléctrica arrojo un valor de 0 $\mu\text{s}/\text{cm}$, por ende, cumple con la especificación declarada. (USP, Capitulo 401)

- **Índice de acidez:** Se define como el número de miligramos de KOH necesarios para neutralizar 1 gramo de aceite. (Hart F. & Fisher H., 1971). Ver tabla 1 y anexo 7.2.1.2.

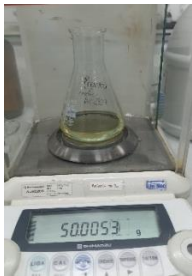



La prueba se basa en la neutralización de los ácidos grasos libres presentes en el aceite con solución etanoica de hidróxido de potasio en presencia de Fenolftaleína como indicador. [23]

Inicialmente se somete la disolución de etanol y Jabón a calor, se toma la decisión de que, si se homogeniza, no es necesario colocar la misma en reflujo con KOH, luego de esperar 15 minutos,

se evidencia que la solución se homogeniza y por ende se puede proceder con la titulación, por ello se añade el indicador (Fenolftaleína), posteriormente se observa la presencia de un color rosa pálido por 30 segundos. Ver Tabla 1, anexo 7.2.1.3.

Tabla 5

Índice de acidez

ÍNDICE DE ACIDEZ			
			
PESO MUESTRA	MEZCLA HOMOGENIZADA	TITULACIÓN FINALIZADA	TIEMPO DE ESPERA FINALIZADO

Nota. La tabla presenta el índice de acidez del aceite

Según la NTC 218 [24] se utiliza la siguiente ecuación, donde se obtiene el porcentaje de ácido graso expresado como ácido oleico

$$\% \text{ de ácidos grasos, expresados como ácido oleico} = \frac{\text{mL NaOH} * 0,1\text{N} * 28,2}{\text{peso de la muestra}}$$

Ecuación 2. Índice de acidez. Tomada de NTC 218. Porcentaje de ácidos grasos expresados como ácido oleico.

Donde:

mL NaOH: Se define como el volumen de álcali a usar en el proceso

Peso de la muestra: Se define como la cantidad de muestra a usar.

28,2: Concentración del álcali

$$\% \text{ de ácidos grasos, expresados como ácido oleico} = \frac{0,6 \text{ mL} * 0,1 \text{ N} * 28,2}{50,0053 \text{ g}}$$

$$\% \text{ de ácidos grasos, expresados como ácido oleico} = 0,034\%$$

De acuerdo con la normativa técnica colombiana, la masa de la porción de ensayo para un valor de porcentaje de acidez esperado <1, debería ser de 28g.

Tabla 6

Porcentaje de acidez esperado

Porcentaje de acidez esperado	Masa de la porción de ensayo (g)	Concentración de la solución de álcali	Precisión en el pesaje
<1	28,0	0,05	0,02
1 a 4	7,0	0,10	0,02
4 a 15	2,5	0,25	0,01
15 a 75	0,5	0,5	0,001
>75	0,1	0,5	0,0002

Nota. La tabla presenta el porcentaje de acidez esperado. Tomado de NTC 218. [24] NORMA TÉCNICA NTC COLOMBIANA 218. (s/f). yumpu.com. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://www.yumpu.com/es/document/read/37847405/norma-tecnica-ntc-colombiana-218>

El resultado final es de 0,034%, cumple con las especificaciones y está apto como materia prima para la producción de jabón.

- **Índice de Saponificación:** Representa la cantidad de hidróxido potásico, expresada en miligramos, es necesaria para saponificar un gramo de aceite. (Lotti G. & Galoppini C, 1986). Ver tabla 1 y anexo 7.2.1.4.

Con ayuda de un refrigerante de bolas, se somete la mezcla a un proceso de destilación, esto debido que la dilución no logra la homogenización y por ende se evidencia la presencia de burbujas, de allí, se deja en reflujo por un aproximado de 45 minutos, se añade el indicador (Fenolftaleína) y se nota una titulación en retroceso.

Tabla 7

Índice de saponificación

ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN			
			
PESO MUESTRA	MONTAJE	RETROCESO	TITULACIÓN FINALIZADA

Nota. La tabla presenta el índice de saponificación

Para determinar si el aceite cumple con las especificaciones, se procede a realizar el siguiente calculo, tener en cuenta que el volumen del blanco dio un valor de 1 mL:

Según la NTC 335 [25] se utiliza la ecuación 2 donde se obtiene el índice de saponificación.

$$I_s = \frac{(V_1 - V_0) * C * 56,1}{M}$$

Ecuación 3. Índice de saponificación. Tomada de la NTC 335.

Donde:

I_s = Índice de saponificación

V_0 = Es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de ácido clorhídrico que se usa para el ensayo en blanco.

V_1 = Es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico que se usa para la determinación.

C = Es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico.

M = es la masa, en gramos, de la porción de ensayo

$$\text{Índice de saponificación} = \frac{(18,6 - 1) * 0,5 * 56,1}{2,5894 \text{ g}}$$

$$\text{Índice de saponificación} = 190,6542 \%$$

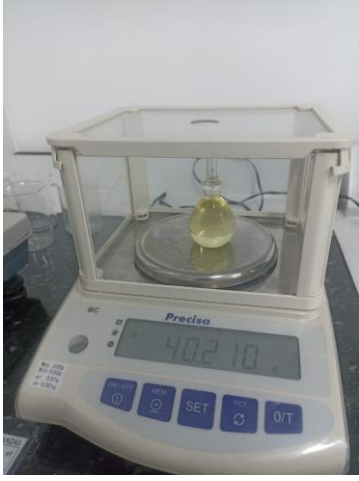


Se siguió el procedimiento y la obtención del resultado con la ecuación 2 como lo indica la norma técnica colombiana NTC 335. El resultado debe estar entre 187 – 192 %, se obtiene un valor final de 190,6542 %, por ello, cumple con las especificaciones y está apto como materia prima para la producción de jabón.

- **Densidad del aceite de Girasol:** Es la relación de la masa (de una grasa) en aire con su volumen a una temperatura dada.

La densidad de esta materia prima es una constante que no posee variación significativa cuando se encuentra pura y fresca, sin embargo, se ve afectada por distintas variables como la edad, rancidez y cualquier tratamiento por el que atraviese. Ver Tabla 1, Anexo 7.2.1.5.

Tabla 8

Proceso determinación de densidad

DENSIDAD		
		
VOLUMEN PICNOMETRO	MASA DEL PICNOMETRO CON AGUA	PICNOMETRO VACIO

Nota. La tabla presenta el proceso de determinación de la densidad

Se determina la densidad tomando como referencia la *Ecuación 3* encontrada en la norma técnica colombiana NTC 336 [26]

Se puede calcular de la siguiente manera:

$$\rho = \left(\frac{P_M - P_V}{P_A - P_V} \right) * 1 \frac{g}{ml}$$

Ecuación 4. Densidad. Tomada de la NTC 336.

Donde:

P_v: Es el peso del picnómetro vacío.

P_M: Es el peso del picnómetro más la muestra.

P_A: Es el peso del picnómetro más agua.

ρ_w : Es la densidad (masa por volumen convencional) del agua a la temperatura de calibración θ_c , en gramos por mililitros. (0,99786 g/ml).

$$\rho = \left(\frac{40,210 - 17,268}{42,195 - 17,268} \right) * 0,99786 \frac{g}{ml}$$
$$\rho = 0,9184 \frac{g}{ml}$$

Como se evidencia, se obtuvo un valor de $0,9184 \frac{g}{ml}$, lo cual indica que la materia prima se encuentra dentro de la especificación. Sin embargo, se evidencia que el agua es más densa que el aceite, esto es debido que el aceite es una sustancia no polar, de modo que el volumen de moléculas de agua es más pesado que el mismo volumen de moléculas del aceite.

3.2 Análisis de influencia de variables de proceso en el porcentaje de obtención de jabón

3.2.1 Diseño pre-experimental y experimentación de alternativas

Para el diseño experimental, se realizan todas las pruebas en uno de los laboratorios de la Universidad de América, teniendo acceso a todos los reactivos, materiales y equipos necesarios para la realización de la experimentación para la obtención del jabón. También se manejó una buena higiene en los procedimientos contemplando los procedimientos del uso de los laboratorios e implementos de seguridad.

3.2.1.a Materiales. Para la prueba experimental se necesitó.

- Hidróxido de potasio (KOH).
- Hidróxido de sodio (NaOH).
- Aceite como materia prima (ácido graso).
- Agua desionizada.
- 16 Beaker de vidrio para las muestras.
- Termómetro.
- Agitador.

3.2.1.b Equipos

- Plancha de calentamiento (*hasta 250°C*)
- Balanza analítica (*con 2 cifras significativas*).

3.2.1.c Procedimiento. Es importante mencionar, que de acuerdo con la elección del diseño experimental y al plan de ejecución de las diferentes alternativas, se realizaran 8 pruebas diferentes modificando el tipo de álcali, proceso de saponificación y temperatura de separación. Estas alternativas se mostrarán más adelante en la planeación pre-experimental y experimentación de alternativas. Ver Anexo 7.2.2.

✓ **Ensayo con el tipo de álcali.** El proceso de saponificación esta descrito para cada base a utilizar; teniendo en cuenta que se usaran 30g de la misma para cada prueba a realizar. A continuación, se describen los procedimientos para cada álcali:

• **Ensayo con hidróxido de potasio**

- Se realiza una disolución del hidróxido de sodio. Se le agrega agua desionizada (120g) en un recipiente y se le añade después la soda caustica, KOH (20,8 g). Tener en cuenta que no debe realizarse al revés ya que puede generar una reacción brusca. Se revuelve hasta que la mezcla este totalmente uniforme.
- Se hace la preparación del aceite. Después del proceso de purificación del aceite (filtración y destilación; como se explica en el capítulo 5) se vierten 120g en un recipiente para cada prueba.
- Se hace la mezcla de la soda caustica (KOH) con el ácido graso que se tiene preparado en un recipiente y se comienza a realizar la saponificación. En esta etapa se toma la decisión de realizar la saponificación en frío o caliente; según corresponda de acuerdo a la elección del diseño experimental y al plan de ejecución de las diferentes alternativas, mostrado más adelante.
 - Si se decide en realizar en caliente la mezcla debe hacerse a una temperatura entre 80°C y 100°C. Al realizarse de esta manera el tiempo de secado es menor, el aspecto final es de tipo cristalino y el proceso de saponificación es más rápido.
 - Si se decide en realizar en frío; es decir a temperatura ambiente (aprox. 20°C), el tiempo de secado es más lento, el aspecto final del jabón será en un tono blanco mate y la saponificación tomará más tiempo.
- Si se le va a agregar algún tipo de colorante o de aceite esencial para que se obtenga el jabón con algún aroma y/o color en específico se agregara dicha sustancia y se mezclara suavemente hasta que quede totalmente homogenizado. Cabe destacar, que este ítem es a elección de la persona que esté realizando el procedimiento; solo para mejorar su aspecto. No es un paso esencial en el procedimiento.

- Después de que la mezcla esté espesa se vierte el jabón en bruto en un molde uniformemente.
 - En esta etapa se toma la decisión de refrigerar o dejar en reposo a temperatura ambiente para que los diferentes componentes (aceite, glicerina y jabón) se endurezcan lo suficiente para poder realizar la separación más fácil. Al igual que en paso III; se toma la decisión de acuerdo a la elección del diseño experimental y al plan de ejecución de las diferentes alternativas, mostrado más adelante. Si se va a refrigerar la mezcla se debe ingresar el recipiente a un refrigerador donde la temperatura debe estar entre 3°C-4°C durante un tiempo entre 3-5 horas hasta que se vea el endurecimiento completo de la mezcla para poder ser desmoldado. Por el contrario, a temperatura ambiente, 20°C, se debe dejar reposar entre 16-20 horas hasta que se vea el endurecimiento completo de la mezcla para poder ser desmoldado.
 - Finalmente, al obtener el jabón después de la separación inicia un proceso de secado o curado donde se dejará al aire libre o envueltos en papel de cocina para que se sequen del todo, se endurezcan, pierdan los restos de agua y la sosa complete su neutralización. De esta manera, se realizan las pruebas de calidad necesarias para determinar si el jabón es apto para el uso.
- **Ensayo con hidróxido de sodio**
 - Se realiza una disolución del hidróxido de sodio. Se le agrega agua desionizada (120g) en un recipiente y se le añade después la soda caustica, NaOH (30g). Tener en cuenta que no debe realizarse al revés ya que puede generar una reacción brusca. Se revuelve hasta que la mezcla este totalmente homogénea.
 - Se hace la preparación del aceite. Después del proceso de purificación del aceite (filtración y destilación; como se explica en el capítulo 5) se vierten 120g en un recipiente para cada prueba.
 - Se hace la mezcla de la soda caustica (NaOH) con el ácido graso que se tiene preparado en un recipiente y se comienza a realizar la saponificación. En esta etapa se toma la decisión de realizar la saponificación en frío o caliente; según corresponda de acuerdo a la elección del diseño experimental y al plan de ejecución de las diferentes alternativas, mostrado más adelante.
 - Si se decide en realizar en caliente la mezcla debe hacerse a una temperatura entre (80°C-100°C). Al realizarse de esta manera el tiempo de secado es menor, el aspecto final es de tipo cristalino y el proceso de saponificación es más rápido.

- Si se decide en realizar en frío; es decir a temperatura ambiente (aprox. 20°C), el tiempo de secado es más lento, el aspecto final del jabón será en un tono blanco mate y la saponificación tomará más tiempo.
- Se repite procedimientos IV, V, VI, VII que se describen en el ensayo con hidróxido de potasio (KOH).

3.2.1.d Planeación pre-experimental. Esta etapa se ejecutó mediante los siguientes pasos para cada uno de los experimentos a realizar. Ver Anexo 7.3.

✓ **Clasificación de variables**

En primera instancia se definen las variables de acuerdo a sus características, las cuales pueden ser independientes o dependientes. Las primeras son controlables, es decir que se pueden manipular durante la experimentación o no controlables cuando se pueden influir en la variable respuesta, pero no se pueden modificar. Las segundas dependen de las primeras y son la respuesta a la interacción de las variables independientes.

Para la evaluación de las alternativas se definió como variable respuesta la cantidad de jabón obtenido; debido a que el propósito principal es lograr que el porcentaje de jabón sea el máximo posible.

Las variables que se consideran en el experimento están relacionadas en la Tabla 8, en donde las que son controlables hacen parte de las pruebas referidas en este capítulo; las demás son variables que los experimentadores no pueden manipular, pero deben tenerse en cuenta para analizar los datos obtenidos de porcentaje de jabón (análisis que se realiza en el siguiente capítulo).

Tabla 9

Clasificación de las variables involucradas en el proceso de acuerdo a sus características.

Material propio

VARIABLES	CONTROLABLES	NO CONTROLABLES	JUSTIFICACIÓN
TIPO DE ALCALI	X		Se considera una variable controlable en el diseño experimental debido a que es posible modificar el tipo de álcali (hidróxido de sodio o hidróxido de potasio) como base a utilizar.
TEMPERATURA DE MEZCLA (°C) (saponificación)	X		Se considera una variable controlable en el diseño experimental debido a que es posible elegir la temperatura adecuada con la que se dé mejor la homogenización.
TEMPERATURA DE SEPARACION (°C)	X		Se considera una variable controlable en el diseño de experimento debido a que es posible elegir a que temperatura es la más adecuada para la separación del producto y subproducto.

<p>RENDIMIENTO DE JABÓN EN PESO</p>		<p>X</p>	<p>Es la variable respuesta de todas las experimentaciones, se considera no controlable debido a que, con la modificación de otros factores, la cantidad de aceite puede aumentar o disminuir su valor.</p>
---	--	----------	---

Nota. La figura presenta la Clasificación de las variables involucradas en el proceso de acuerdo a sus características. Material propio

La siguiente, es la ecuación con la que se va a calcular el porcentaje de jabón obtenido en cada una de las alternativas propuestas.

$$\% \text{ rendimiento de jabón} = \frac{\text{peso obtenido de jabón}}{\text{peso total del aceite}} * 100\%$$

Ecuación 5: Rendimiento de jabón adquirido. Material propio.

✓ Nivel de significancia

Valor que a partir de ahora se denotará como alpha (α), indica el nivel máximo aceptable de riesgo de rechazar una hipótesis nula verdadera, también se considera como la posibilidad de error que es inherente la prueba [27].

En el diseño de experimentos hay dos tipos de errores. Tipo A, en donde se rechaza la hipótesis nula (la cual se define posteriormente) en caso de que esta sea verdadera y; tipo B, cuando se acepta dicha hipótesis siendo falsa. Si α es muy pequeño ($< 0,05$), disminuye la probabilidad de caer en el error tipo A, pero aumenta la posibilidad de caer en el tipo B, por lo cual, según lo investigado en Minitab un nivel de significancia $\alpha = 0,05$ es significativo (indicando un 5% de probabilidad de equivocación) y funciona adecuadamente para el ensayo.

Por lo anterior, para el diseño experimental realizado donde se tomó un nivel de significancia de 0,05. [27]

✓ Planteamiento de hipótesis

Para cada factor e interacción entre factores de las diferentes alternativas, se exponen dos tipos de afirmaciones: hipótesis nula, la cual establece que no existe efecto de los factores sobre la variable respuesta [28] y es la afirmación que se quiere negar; e hipótesis alterna, enuncia lo contrario de la definición anterior y es la frase que se pretende demostrar.

Para la comprobación de las hipótesis, se usa un diseño factorial 2^3 ; este tipo de análisis utiliza la distribución de probabilidad continua de Fisher para aceptar o rechazar la hipótesis nula. La metodología de cálculo consiste en hallar por medio de ecuaciones una serie de valores que van a permitir calcular un valor final llamado $F_{\text{calculado}}$, el cual va a ser contrastado con un valor teórico que se encuentra en las tablas de Fisher. Cuando el valor teórico sea superior al calculado se acepta la hipótesis nula, cuando ocurra lo contrario se aceptará la hipótesis alterna.

A través de la siguiente ecuación se halla el valor de $F_{\text{calculado}}$:

$$F_{\text{calculado}} = \frac{CME_{\text{TR}}}{CMD_{\text{ER}}}$$

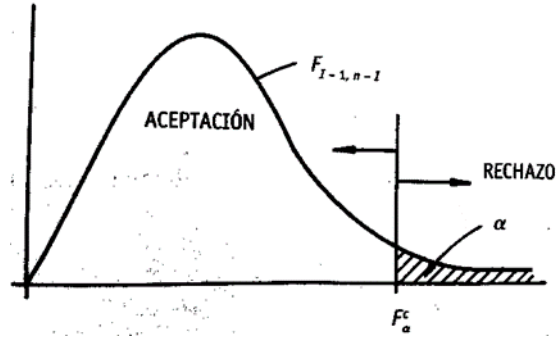
Ecuación 6. Fórmula para determinar el valor de $F_{\text{calculado}}$ por medio de la distribución Fisher.

- CME_{TR} corresponde al valor de cuadrados medios entre tratamientos (factores) y,
- CMD_{ER} es el valor de cuadrados medios dentro de los tratamientos, mejor conocido como el error residual.

En cuanto al valor teórico de F, este corresponde a un valor crítico que está asociado con los grados de libertad v_1 y v_2 [29] y el nivel de significancia α , por lo cual, para buscar el dato hallado en tablas, se deben especificar previamente estos valores para cada experimentación. La distribución Fisher es el cociente de dos distribuciones chi-cuadrado con grados de libertad v_1 y v_2 . En la Imagen 6, se puede observar que es un tipo de distribución asimétrica, en donde todos los valores que puede tomar F (eje x) son positivos.

Figura 3

Diagrama genérico de la distribución asimétrica de Fisher



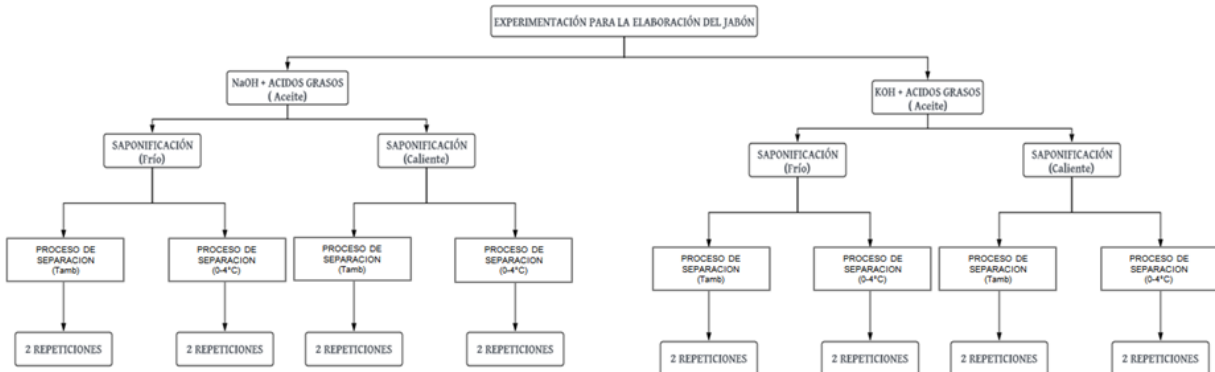
Nota. La figura representa el diagrama genérico de la distribución asimétrica de Fisher. Tomado de [30] PEÑA, D. 2010. Regresión y diseño de experimentos. Madrid, España: Alianza, 2010. pág. 49.

✓ **Elección del diseño experimental**

Teniendo en cuenta las variables involucradas en proceso previamente definidas (Tabla 7) y de acuerdo al plan de ejecución de las alternativas (Imagen 6), se decide ejecutar un diseño factorial 23 (tres factores y cada uno de ellos con dos niveles); gracias a que en cada una de las alternativas que se va a analizar la variable de respuesta es el porcentaje de jabón obtenido.

Figura 4

Diagrama de ejecución de alternativas para el diseño de experimentos



Nota. La figura presenta el diagrama de ejecución de alternativas para el diseño de experimentos

3.2.1.e Experimentación de alternativas. Se expone para el diseño experimental los factores a evaluar, la variable respuesta y los objetivos o alcances que se quieren llegar de acuerdo a los resultados esperados.

- Identificar si hay efecto con el tipo de álcali (TA), del proceso de saponificación (PS), de la temperatura de separación (TS), y las interacciones entre TA-PS, TA-TS, PS-TS y la interacción de las tres variables en la cantidad de jabón obtenido.
- Analizar el modelo matemático que describa este proceso de acuerdo con los efectos identificados.
- Identificar los valores de las variables para maximizar la cantidad de jabón a obtener.

Como se expresó anteriormente, la variable de respuesta será la cantidad de jabón a obtener en cada uno de los ensayos, además, se establecieron los diferentes factores que podrían afectar a este proceso; factor A: Tipo de álcali (KOH o NaOH), factor B: Tipo de saponificación (en caliente o en frío), factor C: Temperatura de separación (temperatura ambiente 20°C o temperatura de refrigeración 3-4 °C).

✓ **Variación del álcali**

El propósito de este experimento es verificar cual es el mejor álcali para poder identificar su influencia en el proceso del jabón. Ya sea utilizando hidróxido de sodio (NaOH) o hidróxido de potasio (KOH).

Para la determinación de la cantidad de álcali a utilizar se realizaron los siguientes cálculos, teniendo en cuenta los pesos moleculares de los compuestos.

✓ **Cálculos**

Para la evaluación de esta alternativa, según los cálculos realizados respecto al peso molecular de los hidróxidos; se utilizará 30g de NaOH y 20,8 de KOH para cada par de alternativa planteada en la Imagen 8. De esta manera será más fácil comparar los resultados en la evaluación de factor C (temperatura de separación). En anexos 7.1 están los cálculos de los gramos de la materia prima que se utilizaron. Dependiendo la saponificación para poder determinar cuántos gramos son necesarios usar dependiendo su peso molecular

Se plantean las siguientes hipótesis para el factor A (tipo de álcali) descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto del tipo de hidróxido usado en el proceso.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto en el uso de cualquier hidróxido en el porcentaje de jabón.
- ✓ **Variación en temperatura de mezcla (saponificación)**

El propósito de este experimento es verificar cual es la temperatura adecuada para realizar la saponificación ya que es posible que tenga influencia en el proceso de producción de jabón; ya que, puede determinar características físicas del jabón importantes a la hora de la revisión del producto final. Ya sea utilizado a temperatura ambiente o temperaturas altas entre 80°C-100°C.

Se plantean las siguientes hipótesis para el factor B (tipo de saponificación), descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la temperatura usada en el proceso de saponificación.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto en la temperatura usada en el proceso de saponificación sobre el porcentaje de jabón.
- ✓ **Variación en temperatura de separación**

El propósito de este experimento es verificar si la temperatura de separación tiene influencia sobre el porcentaje de jabón obtenido; ya sea a temperatura ambiente (aprox. 20 °C) o a temperatura de refrigeración (aprox. 3-4 °C).

Se plantean las siguientes hipótesis para el factor C (temperatura de separación), descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la temperatura de separación seleccionada.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto de la temperatura de separación sobre el porcentaje de jabón.
- ✓ **Interacción del tipo de álcali y la temperatura de separación**

La finalidad de este experimento es comprobar si la interacción del tipo de álcali y la temperatura de separación tienen influencia sobre el porcentaje de jabón obtenido.

Se plantean las siguientes hipótesis para la interacción entre el factor A y C, descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la interacción del tipo de álcali y la temperatura de separación.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto de la interacción del tipo de álcali y la temperatura de separación sobre el porcentaje de jabón.
- ✓ **Interacción de la temperatura de saponificación y la temperatura de separación**

El propósito de este experimento es verificar la influencia de la interacción de la temperatura de saponificación y la temperatura de separación sobre la eficiencia del jabón obtenido.

Se plantean las siguientes hipótesis para la interacción entre el factor B y C, descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la interacción de la temperatura de saponificación y la temperatura de separación.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto de la interacción de la temperatura de saponificación y la temperatura de separación sobre la eficiencia del jabón.
- ✓ **Interacción del tipo de álcali, la temperatura de saponificación y la temperatura de separación**

La finalidad de este experimento es comprobar si la interacción del tipo de álcali, la temperatura de saponificación y la temperatura de separación tienen influencia sobre el porcentaje de aceite obtenido.

Se plantean las siguientes hipótesis para la interacción entre el factor A, B y C, descrito anteriormente:

- **HIPÓTESIS NULA:** No hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la interacción del tipo de álcali, la temperatura de saponificación y la temperatura de separación.
- **HIPÓTESIS ALTERNA:** Si hay efecto de la interacción del tipo de álcali, la temperatura de saponificación y la temperatura de separación sobre el porcentaje de jabón.

3.2.1.f Consolidación de datos. Durante las 2 semanas que se realizó la experimentación a nivel laboratorio para la obtención del jabón en barra a partir de aceite reciclado se habían establecido las posibles variables (en el ítem de experimentación de alternativas) que afectarían la cantidad de jabón que se obtendría para la posterior elección del método adecuado.

Se obtuvieron los siguientes resultados, expresados en la Tabla 10. En donde se relacionan los diferentes factores que influirán en la variable respuesta para cada una de las propuestas en la Imagen 7.

Cabe resaltar que según el diseño factorial 2^3 y el diagrama de la Imagen 4. Se evidencia que para el primer factor (Tipo de Álcali) desglosan dos niveles (Nivel 1: aceite con NaOH y nivel 2: aceite con KOH), segundo factor (Proceso de saponificación) tiene dos niveles (nivel 1: saponificación en caliente y nivel 2: saponificación en frío) y para el tercer factor (Temperatura de separación) también posee dos niveles (nivel 1: Temperatura ambiente 20°C y nivel 2: Temperatura de refrigeración $3-4^{\circ}\text{C}$).

Tabla 10

Datos de porcentaje de jabón obtenido en la experimentación para cada una de las alternativas propuestas

A) Tipo de álcali (i)	B) Proceso de Saponificación (j)			
	En Frio		En Caliente	
	C) Temperatura de Separación (k)			
	Tamb	3-4°C	Tamb	3-4°C
KOH	85,45	50,07	41,84	37,98
	82,37	52,18	44,81	42,76
NaOH	139,82	82,90	46,56	24,11
	132,39	73,70	46,92	25,12

Nota. La figura presenta los datos de porcentaje de jabón obtenido en la experimentación para cada una de las alternativas propuestas

3.2.1.g Análisis de varianza. Se realizó mediante un diseño factorial 2^3 ; en donde el método exige hallar valores de suma de cuadrados, grados de libertad y cuadrados medios para encontrar los valores F calculados y contrastarlos con los valores teóricos.

✓ **Determinación de suma de cuadrados y cuadrados medios**

Con base en la literatura [31], se debe seguir una serie de ecuaciones para determinar la suma de cuadrados y cuadrados medios. Como se ilustra en la Tabla 10.

Tabla 11

Ecuaciones sumas de cuadrados y cuadrados medios

FACTOR	DESCRIPCIÓN	SUMA DE CUADRADOS	CUADRADOS MEDIOS
A	Tipo de álcali (TA)	$SCE_A = \frac{1}{bcn} * \sum Y_{i...}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N}$	$CME_A = \frac{SCE_A}{GL}$
B	Proceso de saponificación (PS)	$SCE_B = \frac{1}{acn} * \sum Y_{.j.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N}$	$CME_B = \frac{SCE_B}{GL}$
C	Temperatura de separación (TS)	$SCE_C = \frac{1}{abn} * \sum Y_{..k.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N}$	$CME_C = \frac{SCE_C}{GL}$
A-B	Interacción TA-PS	$SCE_{AB} = \frac{1}{cn} * \sum \sum Y_{ij.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N} - SCE_A - SCE_B$	$CME_{AB} = \frac{SCE_{AB}}{GL}$
A-C	Interacción TA-TS	$SCE_{AC} = \frac{1}{bn} * \sum \sum Y_{i.k.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N} - SCE_A - SCE_C$	$CME_{AC} = \frac{SCE_{AC}}{GL}$
B-C	Interacción PS-TS	$SCE_{BC} = \frac{1}{an} * \sum \sum Y_{.jk.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N} - SCE_B - SCE_C$	$CME_{BC} = \frac{SCE_{BC}}{GL}$
A-B-C	Interacción TA-PS-TS	$SCE_{ABC} = \frac{1}{n} * \sum \sum \sum Y_{ijk.}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N} - SCE_A - SCE_B - SCE_C - SCE_{AB} - SCE_{AC} - SCE_{BC}$	$CME_{ABC} = \frac{SCE_{ABC}}{GL}$
	Error Residual	$SCT_{ER} = SCT - SCE_A - SCE_B - SCE_C - SCE_{AB} - SCE_{AC} - SCE_{BC} - SCE_{ABC}$	$CMD_{ER} = \frac{SCT_{ER}}{GL}$
	TOTAL	$SCT = \sum \sum \sum Y_{ijkl}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N}$	$CMT = \frac{SCT}{N - 1}$

Nota. La figura presenta las ecuaciones sumas de cuadrados y cuadrados medios

Se debe tener en cuenta que: a, b y c son el número de parámetros de cada factor, n el número de datos por parámetro de factor y N el número total de datos del diseño experimental.

A continuación, se mostrará el procedimiento para la determinación del factor A, entendiendo que se sigue el mismo para los diferentes factores e interacciones a evaluar según las ecuaciones de la Tabla 11.

Factor A:

- **Suma de cuadrados**

$$SCE_A = \frac{1}{bcn} * \sum Y_{i...}^2 - \frac{Y_{...}^2}{N} = \frac{1}{2 * 2 * 2} * (29,6^2 + 571,5^2) - \frac{601^2}{16}$$

$$SCE_A = 18.356,86$$

- **Grados de libertad.** Dependen del factor a evaluar y de sus respectivos números de parámetros. Para determinar los grados de libertad del factor A:

$$GL = a - 1 = 2 - 1 = 1$$

- **Cuadrados medios**

$$CME_A = \frac{SCE_A}{(\alpha-1)} = \frac{18356,86}{1} = 17.680,62738$$

- **Distribución de probabilidad continua de Fisher calculado y por tablas.** Se debe utilizar la *Ecuación 6* para determinar el $F_{calculado}$ de cada uno de los factores e interacciones establecidas anteriormente.

$$F_A = \frac{CME_A}{CME_{ER}} = \frac{18356,86}{8,92} = 1.178,71$$

En cuanto al valor teórico de F, este corresponde a un valor crítico que está asociado con los grados de libertad v_1 (grados de libertad de cada factor) y v_2 (grados de libertad del error residual) que se obtiene por medio de unas ecuaciones como se muestra en la *Tabla 10*; y el nivel de significancia ya anteriormente establecido α (0,05), por lo cual, para buscar el dato hallado en tablas, se deben especificar previamente estos valores para cada experimentación.

$$F_{TA} = 5,32$$

Tabla 12

Resumen de datos de los cálculos para cada ecuación, usando como referencia los datos de la Tabla 9

A) Tipo de álcali (i)	B) Proceso de Saponificación (j)						Yi.k. Tamb 3-4°C			
	En Frio		---	En Caliente		---	KOH	254,4	182,9	
	C) Temperatura de Separación (k)						NaO	365,6	205,8	
	Tamb	3-4°C	Yij..	Tamb	3-4°C	Yij..	Yi...	H	9	3
KOH	85,45	50,07	270,0	41,84	37,98	167,3	437,46	Y..k.	620,1	388,8
	82,37	52,18	7	44,81	42,76	9			6	2
	13,82	82,90	428,8	46,56	24,11	142,7			2	2
NaOH	132,3	73,70	1	46,92	25,12	1	571,52	c	2	2
	9									
Y.jk.	440,0	258,8	---	180,1	129,9	---	Y....	n	2	
	3	5		3	7					
Y.j..	698,88			310,1			1.008,9	N	16	
							8			

Nota. La tabla presenta el resumen de datos de los cálculos para cada ecuación, usando como referencia los datos de la Tabla 9

Se realizó una sumatoria de datos para cada uno de los factores e interacciones entre factores. Se asignaron las letras i, j y k para resolver cada ecuación de la Tabla 9 relacionando los factores del diseño. Cada Yx se refiere a cada sumatoria de términos necesaria para el desarrollo del análisis, teniendo en cuenta la relación de los resultados experimentales obtenidos con cada uno de los factores y sus respectivos índices (a, b, c y n).

A continuación, se ilustran los resultados obtenidos del diseño experimental 23 siguiendo el anterior procedimiento en cada uno de los factores. Se determinó la suma de cuadrados, los grados de libertad de cada uno de los factores y los cuadrados medios necesarios para la determinación de la distribución Fischer calculada.

Tabla 13

Resultados de los cálculos del análisis de varianza para los diferentes valores del porcentaje de aceite, usando como referencia los datos de la Tabla 10

FUENTES DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADOS MEDIOS	F
Entre Tipo de álcali	$SCE_A = 1123,26$	$(a-1) = 1$	$CME_A = 1123,26$	$F_A = 96,31$
Entre Proceso de saponificación	$SCE_B = 9446,87$	$(b-1) = 1$	$CME_B = 9446,87$	$F_B = 810,01$
Entre Temperatura de separación	$SCE_C = 3344,89$	$(c-1) = 1$	$CME_C = 3344,89$	$F_C = 286,80$
Interacción TA-PS	$SCE_{AB} = 2102,68$	$(a-1)(b-1) = 1$	$CME_{AB} = 2102,68$	$F_{AB} = 180,29$
Interacción TA-TS	$SCE_{AC} = 488,19$	$(a-1)(c-1) = 1$	$CME_{AC} = 488,19$	$F_{AC} = 41,86$
Interacción PS-TS	$SCE_{BC} = 1072,89$	$(b-1)(c-1) = 1$	$CME_{BC} = 1072,89$	$F_{BC} = 91,99$
Interacción TA-PS-TS	$SCE_{ABC} = 8,56$	$(a-1)(b-1)(c-1) = 1$	$CME_{ABC} = 8,56$	$F_{ABC} = 0,73$
Dentro de Tratamientos / Error Residual	$SCT_{ER} = 93,30$	$abc(n-1) = 8$	$CMD_{ER} = 11,66$	---
TOTAL	$SCT = 17.680,62738$	$N - 1 = 15$	$CMT = 1178,71$	---

Nota. La tabla presenta los resultados de los cálculos del análisis de varianza para los diferentes valores del porcentaje de aceite, usando como referencia los datos de la Tabla 10

Para el análisis de diseño, se debe calcular el valor teórico de la distribución chi-cuadrado por medio de las tablas correspondientes a este método. Como se evidencia en la siguiente tabla se deben seguir las ecuaciones correspondientes a los grados de libertad v_1 y v_2 de cada factor anteriormente especificado. De esta manera, con la tabla de distribución de Fischer se intersectan los tres datos para el resultado correspondiente. En este caso dio el mismo resultado de $F_{teórico}$ para todos los factores analizados

Tabla 14

Resultados factor teórico de F con significancia del 0,05 para los factores e interacciones entre factores

FACTOR TEORICO F_T ($\alpha = 0,05$)					
FACTOR		v_1		v_2	F_T
$F_{TA} =$	(a-1)				
$F_{TB} =$	(b-1)				
$F_{TC} =$	(c-1)				
$F_{TAB} =$	(a-1)(b-1)	1	abc(n-1)	8	5,32
$F_{TAC} =$	(a-1)(c-1)				
$F_{TBC} =$	(b-1)(c-1)				
$F_{TABC} =$	(a-1)(b-1)(c-1)				

Nota. La tabla presenta los resultados factor teórico de F con significancia del 0,05 para los factores e interacciones entre factores

3.2.1.h Análisis de resultados. Para el análisis de los datos calculados con los teóricos, no es necesario conocer la diferencia que separa los dos valores (factor teórico F_T y el factor calculado), basta únicamente saber si el valor de F calculado es mayor o menor al teórico (5,32) para aceptar o rechazar la hipótesis nula.

El factor de Fisher para las variables e interacción entre variables se determinan teniendo en cuenta la sumatoria de cuadrados medios de las variables o interacción entre ellas sobre el error residual. Por lo tanto, un valor de F calculado cercano a cero significa que se acepta a hipótesis nula como paso al obtener FABC (0,73) donde no hay cambio en la cantidad de jabón obtenido por efecto de la interacción del tipo de álcali, la temperatura de saponificación y la temperatura de separación. Es decir, que no influye la interacción de las tres variables sobre la obtención de jabón.

Por otro lado, teniendo en cuenta las generalidades mencionadas en el planteamiento de hipótesis y de acuerdo a los datos de la Tabla 9, para el tipo de álcali el valor calculado es superior al teórico, por lo cual la hipótesis nula se rechaza y se afirma que si existe efecto sobre la cantidad de jabón a obtener. Sin embargo, para el proceso de saponificación, la temperatura de separación y las interacciones entre los demás factores; la hipótesis nula es rechazada; lo que quiere decir que de alguna manera todas las variables tienen un efecto sobre el porcentaje de jabón. Pero, cabe destacar según los resultados que la cantidad de jabón obtenido se ve realmente afectado y en grandes

cantidades por el tipo de álcali a usar debido a los altos datos recolectados. De esta conclusión, basaremos la elección del método.

Se identificó que la mejor ruta fue la de saponificación en frío a temperatura ambiente usando como álcali el NaOH, esto debido a que se logró obtener el mayor porcentaje de jabón respecto a las demás pruebas; dando con resultado 139,82% y 132,39% de jabón (en las dos repeticiones realizadas para cada alternativa), como se evidencia en la Tabla 8. Es decir, que, si hubo efecto en el uso del tipo de álcali, efecto en la temperatura usada en el proceso de saponificación, al igual que en la temperatura de separación sobre el porcentaje de jabón. Por lo tanto, se cumplieron las hipótesis alternas.

Comparando los datos del porcentaje de jabón expuestos en la Tabla 10 y en la Tabla 15. Los resultados de las hipótesis, se concluye que al utilizar NaOH se va a obtener mayor cantidad de jabón.

Para todos los ensayos realizados con aceite reciclado independiente del proceso de saponificación y temperatura de separación, se compara el tipo de álcali, identificando que en la mayoría de las alternativas realizadas el porcentaje era mayor al usarse NaOH:

Tabla 15

Porcentaje de jabón según el tipo de álcali

	Porcentaje de jabón según el tipo de álcali	
	KOH	NaOH
Ensayo 1	85,45	139,82
Ensayo 2	82,37	132,39
Ensayo 3	50,07	82,90
Ensayo 4	52,18	73,70
Ensayo 5	41,84	46,56
Ensayo 6	44,81	46,92
Ensayo 7	37,98	24,11
Ensayo 8	42,76	25,12

Nota. La tabla presenta el porcentaje de jabón según el tipo de álcali

Es evidente que para los ensayos 7 y 8 el porcentaje de jabón según el tipo de álcali fue notoriamente menor que para los demás ensayos y aún más para con el uso de NaOH. Esto se debe a que la ruta de para la obtención de jabón se realizó totalmente opuesta a los ensayos 1 y 2. Es decir, la segunda variable que influye después del tipo de álcali fue el proceso de saponificación específicamente en caliente, seguido de la variable de separación a una temperatura de refrigeración. Es de esperarse que el cambio de temperatura drástico de una temperatura entre 80°C a 100°C a una mínima entre 3°C y 4°C, es el proceso que no funciona para que se dé la correcta separación de los componentes en su totalidad.

3.3 Caracterización del producto

Para la realización de estas pruebas de caracterización del jabón se contó con el apoyo de los laboratorios de la Universidad de América ubicado en la Avda. Circunvalar No. 20-53.

3.3.1 Pruebas de control de calidad de jabón en barra

Para verificar que el producto final, se realizaron una serie de pruebas y/o análisis que cumplan con los requerimientos mínimos de calidad que debe tener el jabón.

- **pH:** Se trata de una unidad de medida de alcalinidad o acidez de una solución, más específicamente el pH mide la cantidad de iones de hidrógeno que contiene una solución determinada. El pH se debe encontrar entre 5,5 y 8,0 para uso doméstico, se debe tener en cuenta que este cuenta con distintas variaciones por lo que, el jabón para uso cotidiano debe ser de 6,0 a 8,0.
- **Indicé de Saponificación:** Esta prueba se realiza para comprobar que la reacción de saponificación se llevó a cabo completamente.
- **Prueba de espuma:** Esta prueba se realiza con el fin de evidenciar la formación de espuma del jabón.
- **Prueba de humedad:** Esta prueba se refiere al porcentaje máximo de humedad y materia volátil a 105°C debe ser igual a 15,0%.
- **Materia insoluble en alcohol:** Se define como el porcentaje de materia insoluble en alcohol, este equivale al 2%.
- **Determinación de alcalinidad libre:** Se entiende como el porcentaje máximo de NaOH es de 0,05%.

3.3.2 *Análisis de resultados de pruebas de calidad del producto terminado*

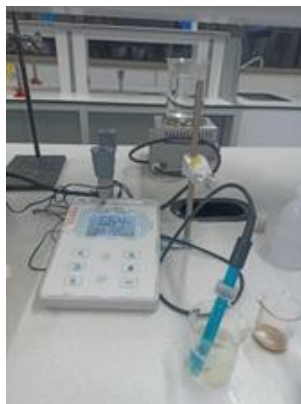
Con base a la ruta establecida (Hidróxido de sodio NaOH - Saponificación en frío - Temperatura ambiente) por el diseño de experimentos, se realizan las distintas pruebas descritas con anterioridad para poder determinar la calidad del jabón. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.1.

Se obtienen los siguientes resultados:

3.3.2.a pH

Figura 5

Análisis pH



Nota. La figura presenta el análisis del pH.

Como se sabe, el jabón se debe encontrar en un rango establecido de 5,5 a 8,0, el potencial de hidrogeno medido fue de 6,64, de allí se puede deducir que se encuentra apto para uso humano (ver Imagen 5). Sin embargo, está establecido que el pH de la piel humana es de 5,0 a 5,5, de allí se entiende que el resultado obtenido es un poco alto y puede afectar al ser humano, sin embargo, al momento en que el jabón entra en contacto con el agua, se solubiliza y el pH se neutraliza, evitando una reacción brusca con la piel. [36]

3.3.2.b Índice de saponificación. Se pesan 5 gramos de jabón para poder realizar la prueba

Figura 6

*Peso de muestra,
saponificación*

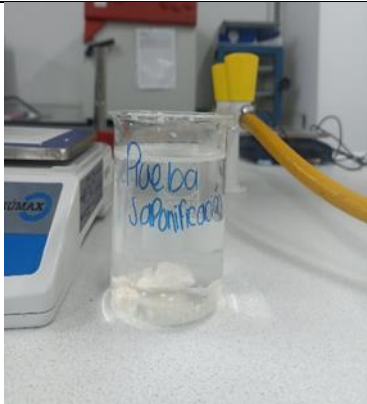
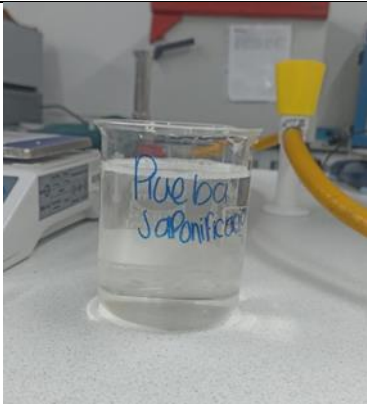

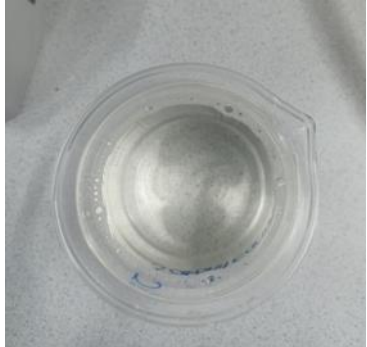


Nota. La figura presenta el
*peso de muestra,
saponificación*

Luego de obtener la muestra se homogeniza con agua desionizada, para comprobar que el jabón posee una buena saponificación y esta se puede evidenciar cuando existe una mezcla totalmente homogenizada y cero gotas de grasa, esto posterior a 20 minutos de reposo, por el contrario, si no se evidencia una saponificación correcta es debido que inicialmente el jabón no cumple con los requisitos necesarios e indica que las micelas no rompieron completamente las cadenas del aceite de girasol reciclado y por ende el jabón es de baja eficiencia. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.2.

Tabla 16

Comparación Saponificación

	
	
ANTES	DESPUES

Nota. La figura presenta la comparación de saponificación

Como se muestra en la tabla 16, la prueba de saponificación evidencia una homogenización total y no se ven presentes gotas de aceite. Esto indica que se desarrollan micelas encargadas de romper las cadenas del aceite, generando una acción limpiadora para el ser humano, evitando cualquier tipo de contaminación por tiempos prolongados. [36]

3.3.2.c Prueba de espuma. Inicialmente se pesan 3 gramos de jabón para realizar la prueba indicada.

Figura 7

Peso de muestra, prueba de espuma



Nota. La figura presenta el peso de muestra de prueba de espuma

Luego de pesar los 3 gramos se añaden 200ml de agua purificada, posteriormente se mezcla hasta homogenizar, apenas ocurra este fenómeno, se detiene la mezcla por 20 minutos, sin embargo, durante el proceso de mezcla se debe evidenciar presencia de espuma. Para determinar si la prueba es efectiva, si la cantidad de espuma que sale es menor a 1,49 cm de altura significa que la prueba de calidad no cumple, pero, si la prueba de espuma es mayor o igual a 1,5 cm significa que la prueba de espuma es satisfactoria. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.3.

Figura 8

Medición, prueba de espuma



Nota. La figura presenta la medición de la prueba de espuma

En el momento en que se realiza la medición, se evidencia una altura de la espuma de 1,84 cm, por ende, se llega a la conclusión de que el jabón cumple con las especificaciones, evidenciando así una ruptura total de micelas del aceite como materia prima, se debe tener en cuenta que entre más espuma genere el jabón, más sulfatos (tensioactivos) posee, concentrándose así en la acción limpiadora para el ser humano. [36]

3.3.2.d Prueba de humedad. A partir de esta prueba se determina como se extrae la cantidad de agua en exceso que posee el jabón para así obtener el peso deseado del mismo.

En la siguiente tabla se evidencian los datos tomados para la prueba de humedad, donde a partir del anexo con respecto a la misma se hace el cálculo pertinente. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.4.

Tabla 17

Información prueba de humedad

PRUEBA DE HUMEDAD		
		
PESO VACIO	PESO MUESTRA	PESO FINAL

Nota. La figura presenta la información de las pruebas de humedad

- **Calculo**

Según la norma técnica colombiana NTC 760 [32] se tiene la siguiente ecuación

$$\%HUMEDAD = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P_0)} * 100$$

Ecuación 7. Porcentaje de humedad. Tomada de NTC 760.

Donde:

P₀ = Peso del Beaker vacío

P₁ = Peso de la muestra + Beaker

P₂ = Peso de la muestra seca + Beaker

$$\%HUMEDAD = \frac{(55,1255 - 54,1879) g}{(55,1255 - 47,3414) g} * 100$$

$$\%HUMEDAD = 12,0451 \%$$

Figura 9

Requisitos del jabón

Requisitos	Tipo I y II
Jabón anhidro % mínimo	60
Alcali libre % NaOH máximo	0,1
Contenido de materia Insoluble en agua y alcohol % máximo	12
Glicerol % mínimo ¹⁾	-
Humedad más volátiles % máximo	25

Nota. La figura presenta los requisitos del jabón. Tomado de NTC 760. [32] NORMA TÉCNICA COLOMBIANA PDF free download. (s/f-b). Docplayer.Es. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://docplayer.es/50376642-Norma-tecnica-colombiana-760.html>

Basado en la norma técnica de colombiana NTC 760, se realizó el respectivo procedimiento y determinación del resultado para la determinación del porcentaje de humedad. Se obtuvo un resultado de 12,0451%, donde el valor se debe encontrar en un máximo del 25%, por lo que se cumple con la normativa establecida. y se indica que posee la cantidad correcta de agua y que el equilibrio soluto, solvente es el indicado, se debe tener en cuenta que el jabón está bien hidratado y cuenta con la cantidad de solvente (agua) necesario, evitando resequedad en la piel del ser humano, pues, a medida que el jabón pierde humedad en exceso se puede tornar a un medio básico, generando reacciones en la piel. [37]

3.3.2.e Material insoluble en alcohol. Como se sabe, el material orgánico es soluble en solventes orgánicos, en nuestro caso, el jabón al ser un producto de esta característica es soluble en alcohol etílico, sin embargo, se debe tener en cuenta que se está manejando un aceite vegetal, por ende, su disolución es poco soluble en este solvente, de allí el objetivo de esta prueba, en el cual se determina que tanto material es insoluble en alcohol. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.5.

Tabla 18

Información prueba material insoluble en alcohol

MATERIAL INSOLUBLE EN ALCOHOL	
	
DESECADOR CON MUESTRA	PESO RESIDUO (FINAL)

Nota. La tabla presenta la información de la prueba de material insoluble en alcohol

Según la norma técnica colombiana NTC 563 [33] tenemos la siguiente ecuación.

$$\% \text{ MATERIAL INSOLUBLE} = \frac{\text{peso del residuo en gramos}}{\text{peso de la muestra en gramos}} * 100$$

Ecuación 8. Porcentaje de material insoluble en alcohol. Tomada de NTC 563.

$$\% \text{ MATERIAL INSOLUBLE} = \frac{1,0112 \text{ g}}{1,0114 \text{ g}} * 100$$

$$\% \text{ MATERIAL INSOLUBLE} = 99,98\%$$

Tal como se evidencia, el cálculo arroja un resultado no muy satisfactorio, se especifica un valor del 99,98 %, esto se da debido que el jabón posee un exceso de aceite de girasol reciclado, indica que el porcentaje del mismo en presencia del jabón es muy alto y es insoluble en alcohol, por ende, no cumple con la especificación de calidad. Sin embargo, esta prueba no determina que este jabón no sea apto para el uso humano, solo que su acción limpiadora no será al 100%. [37].

3.3.2.f Determinación de alcalinidad libre. Esta prueba se entiende como la capacidad de hallar un equilibrio entre una base fuerte y un ácido fuerte, donde el potencial de hidrogeno va muy de la mano con la determinación de alcalinidad libre, se busca hallar una diferencia mínima para así evitar daños a quien tenga acceso al producto. [34].

Luego de aplicar el indicador correspondiente (Fenolftaleína), se evidencia una titulación en retroceso, lo que indica que el titulante en exceso (NaOH), va a necesitar del apoyo de otro reactivo que neutralice la solución (HCL 0,1N) para hallar el equilibrio fisicoquímico. Ver Tabla 2, Anexo 7.2.3.6.

Tabla 19

Información prueba Determinación de alcalinidad libre

PRUEBA DE DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD LIBRE		
		
PESO DE LA MUESTRA	MUESTRA CON FENOLFTALEINA	MUESTRA FINALIZADA

Nota. La tabla presenta la información de prueba de la determinación de alcalinidad libre

Según la NTC 514 [34], donde se calcula la determinación de alcalinidad libre

$$A = \frac{V * N * 4.0}{m}$$

Ecuación 9. Alcalinidad libre. Tomada de la NTC 514.

A= porcentaje en masa de álcali libre, expresado como hidróxido de sodio

V= volumen de la solución de ácido clorhídrico utilizado en la titulación

N= normalidad de la solución de ácido clorhídrico

m= Masa de la muestra, en gramos

$$\% \text{ ALCALINIDAD LIBRE} = \frac{1,1 \text{ mL} * 0,1 \text{ N} * 4.0}{5,0 \text{ g}}$$

$$\% \text{ ALCALINIDAD LIBRE} = 0,09 \%$$

Basado en la norma técnica de colombiana NTC 514, se realizó el respectivo procedimiento y obtención del resultado para la determinación de álcali libre; se evidencia un resultado de 0,6%, donde el valor se debe encontrar entre $0,5 \pm 0,3$. Por ello hay un buen equilibrio acido-base y cumple con las especificaciones de calidad.

4. CONCLUSIONES

De acuerdo con el proceso de purificación (filtración y decantación) y las pruebas de análisis fisicoquímico, se determinó que el aceite cumple con los estándares necesarios según las Norma técnica colombiana, la NTC 218 filtración al vacío e índice de acidez (57,78%; 0,034%), la NTC 335 índice de saponificación (190,6542%), la NTC 336 densidad (0,9184g/mol.) para ser transformada como la materia prima principal, para así obtener el producto deseado.

A partir de las rutas establecidas por el diseño de experimentos, se identificó que la mejor ruta fue la de saponificación en frío a temperatura ambiente usando como álcali el NaOH, esto debido que se logró obtener la mayor cantidad de jabón respecto a las demás pruebas; dando con resultado 139,82% y 132,39% de jabón (ensayo y repetición respectivamente), como se evidencia en el capítulo 5. Es decir, que, si hubo efecto en el uso de del tipo de álcali, efecto en la temperatura usada en el proceso de saponificación, al igual que en la temperatura de separación sobre el porcentaje de jabón. Por lo tanto, se cumplieron las hipótesis alternas. Además, de tener una mayor dureza para la correcta separación del producto y subproducto; evidenciándose en la obtención con mayor cantidad de jabón (219g).

Con base a las pruebas de control de calidad que se realizaron al jabón, se determina que se encuentran dentro de los rangos establecidos, obteniéndose un valor de humedad del 12,04 %, alcalinidad libre de un 0,6 %, determinación de material insoluble en alcohol del 0,99 %, saponificación libre de gotas de grasa y la dilución totalmente homogenizada, el pH de 6,64 y la altura de espuma de 1,5 cm; según lo establece las diferentes normas técnicas colombianas dictadas por el INVIMA como lo son la NTC 760 prueba de humedad (12,041%), la NTC 514 determinación de alcalinidad libre (0,09%).

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Alexandra Davis Fernández, Wilfredo Andrés Bayona Lozada, Julio César Campos Espinoza, Andrea Lucía Cruz Criollo, Juan Carlos Pérez Valdiviezo, "Diseño de proceso para la elaboración de jabón a base de aceite de cocina usado en la Urb. Santa María del Pinar, distrito Piura", Trabajo de grado, Universidad de Piura, Piura, 2020.
- [2] Br. Sevilla Richar, "Análisis Físicoquímico De Productos Farmacéuticos", Trabajo de grado, Universidad de Carabobo, Carabobo, 2013.
- [3] Wilmer Alfredo Castro, "Elaboración de jabón de tocador a partir de aceite de cocina usado en la ciudad de Cali", Trabajo de grado, tecnólogo., Universidad Nacional Abierta y a Distancia – UNAD, Santiago de Cali, 2022.
- [4] Carlos Alberto Algumedo Romaña, "Elaboración De Jabones Artesanales Con Aceite Usado Como Estrategia Para La Enseñanza De Las Ciencias Naturales A Través De Aprendizajes basados En Proyectos", Trabajo de grado, Universidad Pontificia Bolivariana, Medellín, 2020.
- [5] Alba Luz Sánchez Cázarez, "Jabon De Aceite Vegetal Usado "LIMPIAVERDE"", Trabajo de grado, Instituto Tecnológico de Colima, Villa de Álvarez, 2018.
- [6] Julián Ojeda Arias, "Procesos para la Valorización del Aceite Vegetal Usado: Revisión Sistemática", Tesis, Universidad Nacional Abierta y a Distancia - UNAD, 2021.
- [7] "Cómo hacer jabón ecológico con aceite reciclado". PuntoVerde. <https://mercadopuntoverde.com/taller-elaboracion-de-jabon-con-aceite-reciclado/> (accedido el 29 de octubre de 2022).
- [8] "Aceites vegetales usados". Secretaria Distrital De Ambiente. <https://ambientebogota.gov.co/aceites-vegetales-usados> (accedido el 30 de septiembre de 2022).
- [9] Alexandra Davis Fernández. Wilfredo Andrés Bayona Lozada, Julio César Campos Espinoza. Andrea Lucía Cruz Criollo, Juan Carlos Pérez Valdiviezo, "Diseño de proceso para la elaboración de jabón a base de aceite de cocina usado en la Urb. Santa María del Pinar, distrito

Piura", Trabajo de Investigación para el curso de Proyectos del Programa de Ingeniería Industrial y de Sistemas., Universidad de Piura, Piura, 2020.

- [10] Julián Ojeda Arias, "Procesos para la Valorización del Aceite Vegetal Usado: Revisión Sistemática", Trabajo de grado, Universidad Nacional Abierta y a Distancia - UNAD, 2021.
- [11] Alba Luz Sánchez Cázares, "Jabon De Aceite Vegetal Usado "LIMPIAVERDE"", Trabajo de grado, Tecnológico nacional de México, Villa de Álvarez, 2018
- [12] (N.d.). Gov.Co. Retrieved June 6, 2023, from <https://www.minambiente.gov.co/wp-content/uploads/2021/08/resolucion-0316-de-2018.pdf>
- [13] (S/f). Gov.co. Recuperado el 6 de junio de 2023, de <https://www.mincit.gov.co/ministerio/normograma-sig/procesos-de-apoyo/gestion-de-recursos-fisicos/resoluciones/resolucion-1188-de-2003.aspx>
- [14] De origen vegetal o animal que se procesen, P. la C. se E. el R. T. S. L. R. S. Q. D. C. L. A. y. G., El país, I. Y. C. en, & el consumo humano y se dictan otras disposiciones., D. P. (s/f). Resolucion 2154 DE 2012. Gov.co. Recuperado el 6 de junio de 2023, de <https://www.minsalud.gov.co/sites/rid/Lists/BibliotecaDigital/RIDE/DE/DIJ/resolucion-2154-de-2012.pdf>
- [15] De uso doméstico, P. la C. se A. el R. T. S. R. Q. D. C. L. D. P. L. A. (s/f). Resolucion Número 974 DE 008. Gov.co. Recuperado el 6 de junio de 2023, de https://www.minsalud.gov.co/Normatividad_Nuevo/RESOLUCI%C3%93N%201974%20DE%202008.pdf
- [16] (N.d.-b). Laderasur.com. Retrieved June 6, 2023, from <https://laderasur.com/articulo/aceite-de-freir-la-contaminacion-silenciosa-de-las-aguas/>
- [17] Aceite de semillas de girasol. (s/f). Florapower.de. Recuperado el 4 de junio de 2023, de <https://www.florapower.de/es/infoteca/aceite-de-semilla-de-girasol/>
- [18] Operaciones Basicas en el Laboratorio de Quimica. Filtracion. Filtracion al Vacio. (s/f). Www.ub.edu. Recuperado el 4 de junio de 2023, de https://www.ub.edu/oblq/oblq%20castellano/filtracio_buit.html

- [19] Tecnología Para El Tratamiento De Aceites De Fritura Usados. (s/f). Ucm.es. Recuperado el 4 de junio de 2023, de <https://www.ucm.es/otri/complutransfer-tecnologia-para-el-tratamiento-de-aceites-de-fritura-usados>
- [20] Sánchez, M. L. (s/f). Métodos Físicos De Separación Y Purificación De Sustancias Orgánicas. Ulpge.es. Recuperado el 4 de junio de 2023, de <https://accedacris.ulpgc.es/bitstream/10553/436/1/494.pdf>
- [21] Ashes To Life. (2018, Junio 16). El Proceso De Saponificación, Determinante En La Calidad De Los Jabones. Ashes To Life. <https://www.ashestolife.es/el-proceso-de-saponificacion-determinante-en-la-calidad-de-los-jabones/>
- [22] (S/f). Academia.edu. Recuperado el 5 de junio de 2023, de https://www.academia.edu/30684985/ELABORACIÓN_DE_JABÓN_A_PARTIR_DE_ACEITES_VEGETALES_REUTILIZADOS_EESA_No2_LAS_TOSCAS_Prof_Laura_Hernández
- [23] I., C. s. r. (2016, noviembre 23). Free Fatty Acids test in Fats and Oils with CDR FOODLAB® range analysis systems.
- [24] Norma Técnica NTC Colombiana 218. (s/f). yumpu.com. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://www.yumpu.com/es/document/read/37847405/norma-tecnica-ntc-colombiana-218>
- [25] Norma Técnica NTC Colombiana PDF descargar libre. (s/f). Docplayer.Es. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://docplayer.es/33334371-Norma-tecnica-ntc-colombiana-335.html>
- [26] Norma Técnica Colombiana PDF free download. (s/f). Docplayer.Es. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://docplayer.es/89110378-Norma-tecnica-colombiana-336.html>
- [27] Minitab ¿Qué valor debo usar para el nivel de significancia? . [En línea] [Citado el: 22 de Abril de 2017.] <http://support.minitab.com/es-mx/minitab/17/topic-library/basic-statistics-and-graphs/introductory-concepts/p-value-and-significance-level/>.
- [28] Canavos, G. 1988. Probabilidad y estadística, aplicaciones y métodos. I s.l., España : McGraw Hill , 1988. pág. 407.

- [29] Serret, J. 1995. Manual de estadística universitaria. Madrid, España : ESIC , 1995. pág. 204.
- [30] Peña, D. 2010. Regresión y diseño de experimentos. Madrid, España : Alianza , 2010. pág. 49.
- [31] Montgomery, D. 2004. Diseño de experimentos y análisis de datos. II s.l. : Limusa Wiley, 2004.
- [32] Norma Técnica Colombiana PDF free download. (s/f-b). Docplayer.Es. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://docplayer.es/50376642-Norma-tecnica-colombiana-760.html>
- [33] Norma Técnica Colombiana PDF free download. (s/f-c). Docplayer.Es. Recuperado el 6 de julio de 2023, de <https://docplayer.es/49427032-Norma-tecnica-colombiana-985.html>
- [34] NTC 514 Jabones. Determinacion del Álcali o ácido libre. (s/f). Kupdf.net. Recuperado el 6 de julio de 2023, de https://kupdf.net/download/ntc-514-jabones-determinacion-del-alcali-o-acido-libre_59e39edd08bbc51917e65421_pdf
- [35] "Resolucion 2154 De 2012". Minsalud.Gov. <https://www.minsalud.gov.co/sites/rid/Lists/BibliotecaDigital/RIDE/DE/DIJ/resolucion-2154-de-2012.pdf>.
- [36] El papel de la espuma en detergencia. (s.f.). Blog sobre seguridad alimentaria. <https://www.betelgeux.es/blog/2020/06/25/elpapelespumadetergencia/#:~:text=La%20espuma%20generada%20aumenta%20los,de%20una%20forma%20más%20sencilla.>
- [37] Exploración y propuesta de uso de aceites reciclados de la Industria Alimentaria. Caso práctico: formulación base de un jabón en barra para la Empresa Aquamarina.(2019). Dspace de la Universidad del Azuay: Página de inicio. <https://dspace.uazuay.edu.ec/bitstream/datos/8960/1/14605.pdf>.
- [38] Luis, J., & Periodista, M. (s/f). Aceites de semillas: palma, colza, soja y girasol lideran la producción y el consumo mundial. Gob.es. Recuperado el 9 de octubre de 2023, de https://www.mapa.gob.es/ministerio/pags/Biblioteca/Revistas/pdf_DYC%2FDY C_2010_111_65_70.pdf

- [39] juan-mateo-horrach-torrens. (2018, septiembre 19). Residuos de aceite para cocinar y su impacto ambiental. iResiduo. <https://iresiduo.com/blogs/juan-mateo-horrach/residuos-aceite-cocinar-y-impacto-ambiental>
- [40] Optimizacion De La Extraccion De Aceites Esenciales Por Destilacion En Corriente De Vapor. (2018, Febrero). Universidad Politecnica De Madrid. https://oa.upm.es/49669/1/TFG_IRENE_CASADO_VILLAVERDE.pdf
- [41] Julián Ojeda Arias, "Procesos para la Valorización del Aceite Vegetal Usado: Revisión Sistemática", Trabajo de grado, Universidad Nacional Abierta y a Distancia - UNAD, 2021.

ANEXOS

ANEXO 1

CANTIDADES DE MATERIA PRIMA DEL TIPO DE ALCALI

Como se menciona con anterioridad, los álcalis elegidos fueron el NaOH y KOH por ello, se procede al peso molecular de los mismos.

- HIDROXIDO DE SODIO: 39,9970 g/ml
- HIDROXIDO DE POTASIO: 56;1056 g/ml

Se decide realizar el diseño experimental del KOH 2 veces, puesto que el índice de saponificación se realizó con este álcali, sin embargo, se toma la decisión de realizar una comparativa con datos informativos.

Tabla 20

Datos para cálculos de proceso de saponificación

	INFORMATIVO (RESOLUCION 2154 DE 2012) [35]	PRACTICO
INDICE DE SAPONIFICACIÓN	0,192 (ARTICULO 17)	0,191
MASA (INFORMATIVO)	100 g	100 g
DENSIDAD	0,921 g/mL (ARTICULO 17)	0,918 g/mL

Nota. La tabla presenta los datos para cálculos de proceso de saponificación

Para calcular la cantidad exacta de materia prima se procede a sacar la cantidad de aceite necesario.

$$\rho = \frac{m}{v} \rightarrow v = \frac{m}{\rho}$$

Ecuación 10. Densidad Álcali.

Se procede a sacar la cantidad de álcali.

Saponificacion = Volumen Materia Pirma (v) * Indice de Saponificacion

Ecuación 11. Saponificación de álcali. Material propio.

Para determinar la cantidad de H₂O, se establece una absorción del 30 al 40% de aceite vegetal, por ende, se saca un promedio de los 2 cálculos.

CANTIDAD DE H₂O = Volumen Materia Prima * 0,3 ó 0,4
Ecuación 12. Cantidad de H₂O. Material Propio.

INFORMATIVO

$$v = \frac{100 \text{ g}}{0,921 \text{ g/mL}} = 108,58 \text{ mL}$$

$$\text{SAPONIFICACIÓN} = 108,58 \text{ mL} * 0,192 \text{ g/mL} = 20,85 \text{ g}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O}_1 = 108,58 \text{ mL} * 0,3 = 32,57 \text{ mL}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O}_2 = 108,58 \text{ mL} * 0,4 = 43,43 \text{ mL}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O} = \frac{(32,57 + 43,43)\text{mL}}{2} = 38,0 \text{ mL}$$

PRACTICO

$$v = \frac{100 \text{ g}}{0,918 \text{ g/mL}} = 108,93 \text{ mL}$$

$$\text{SAPONIFICACIÓN} = 108,93 * 0,191 = 20,81 \text{ g}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O}_1 = 108,93 \text{ mL} * 0,3 = 32,68 \text{ mL}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O}_2 = 108,93 \text{ mL} * 0,4 = 43,57 \text{ mL}$$

$$\text{CANTIDAD DE H}_2\text{O} = \frac{(32,68 + 43,57)\text{mL}}{2} = 38,13 \text{ mL}$$

Tabla 21

Datos obtenidos para proceso de saponificación

	INFORMATIVO	PRACTICO
MUESTRA	108,58 mL	108,93 mL
H ₂ O	38,0 mL	38,13 mL
KOH	20,85 g	20,81 g

Nota. La tabla presenta los datos obtenidos para el proceso de saponificación

Guía laboratorio para pruebas de aceite, ruta química y pruebas de calidad.

De acuerdo con el diseño experimental, se deben realizar 16 pruebas de experimentos, se efectúan dos pruebas por cada ruta de reacción.

Sin embargo, inicialmente se ejecutan las pruebas necesarias para la materia prima (Aceite de girasol reciclado). Que se especifica a continuación para comprobar que la materia prima sea apta para seguir con el diseño metodológico.

Después se efectúan las diferentes rutas de reacción elegidas, para poder determinar cuál es la más adecuada. Y finalmente después de escoger la mejor ruta de reacción se realizará de nuevo el proceso del jabón para proseguir con las diferentes pruebas de calidad descritas a continuación.

ANEXO 2

PRUEBAS FISICOQUIMICAS DE MATERIA PRIMA

Filtración al vacío para retención de partículas extrañas del Aceite de girasol

✓ **Materiales**

- Bomba de filtrado
- Papel filtro (3)
- Beaker 1000 mL (2)

- ✓ **Proceso:** Tomar 20 ml de aceite de materia prima (aceite de girasol reciclado), en un filtro con bomba realizar filtración al vacío

Calcular la diferencia de pesos.

Conductividad

✓ **Materiales**

- Conductímetro.
- Probeta de vidrio de 50 ML.
- Conductímetro.

- ✓ **Procedimiento:** Añadir 30 ML de muestra de aceite a una probeta de vidrio de 50 ML, introducir el lector del conductímetro a la probeta y tomar el dato.

Para determinar presencia de trazas se usará un conductímetro donde la conductividad tendrá que dar igual a $0 \mu\text{s/cm}$.

Índice de acidez

✓ **Materiales**

- Erlenmeyer de 500 ML.
- Bureta
- Beaker de 100 ML
- Agitador de vidrio
- Agitador magnético
- Balanza

- Soporte universal.
- Pipetas de 1, 5 y 10 ml.
- Pera de succión (2).
- Espátula
- Micro espátula
- ✓ **Reactivos**
- Etanol.
- Fenolftaleína
- Disolución básica, NaOH 0,1N
- KOH.
- Agua desionizada
- ✓ **Proceso:** Pesar 50 gramos de la muestra de aceite de girasol ya filtrado en un Erlenmeyer de vidrio de 500 MI

Añadir de 50 a 100 MI de etanol neutro previamente llevado a punto de ebullición y destilado tras haber almacenado sobre KOH.

Titular con NaOH 0,1N, usando como indicador Fenolftaleína, se debe obtener un color débilmente rosa que persista por 30 segundos.

Se calcula de la siguiente manera:

$$\% \text{ de ácidos grasos, expresados como ácido oleico} = \frac{mL \text{ NaOH} * 0,1N * 28,2}{\text{peso de la muestra}}$$

Ecuación 2. Índice de acidez. Tomada de NTC 218. Porcentaje de ácidos grasos expresados como ácido oleico.

Índice de Saponificación

- ✓ **Materiales**
- Balanza
- Erlenmeyer 250 MI
- Bureta
- Pipeta 5, 10 MI

- Pera de succión
- Soporte universal (3)
- Refrigerante de bolas
- Espátula
- Micro espátula
- ✓ **Reactivos**
 - Solución alcohólica KOH 0,5N
 - Solución ácida HCL 0,5N
 - Fenolftaleína
 - Agua
- ✓ **Proceso:** Pesar 2,5 g de aceite filtrado en un Erlenmeyer de 250 mL, añadir 25 ml de KOH 0,5N, adaptar la solución a un refrigerante de bolas, calentar hasta que se produzca una ebullición suave por aproximadamente una hora, agitando de vez en cuando.

Se efectúa una valoración con HCL 0,5N, se agregan 3 gotas de fenolftaleína como indicador; se hace un ensayo de blanco.

Para determinar una buena saponificación se realiza el siguiente cálculo:

$$I_s = \frac{(V_1 - V_0) * C * 56,1}{M}$$

Ecuación 3. Índice de saponificación. Tomada de la NTC 335.

Donde:

V_0 = Es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de ácido clorhídrico que se usa para el ensayo en blanco.

V_1 = Es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico que se usa para la determinación.

C = Es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico.

M = es la masa, en gramos, de la porción de ensayo

Densidad del aceite de Girasol

- ✓ **Materiales**

- Picnómetro
- Balanza
- ✓ **Reactivos**
- Agua desionizada.
- ✓ **Procedimiento**

Se puede calcular de la siguiente manera:

$$\rho = \left(\frac{P_M - P_V}{P_A - P_V} \right) * 1 \frac{g}{ml}$$

Ecuacion 4. Densidad. Tomada de la NTC 336.

Donde:

P_v: Es el peso del picnómetro vacío.

P_M: Es el peso del picnómetro más la muestra.

P_A: Es el peso del picnómetro más agua.

ρ_w: Es la densidad (masa por volumen convencional) del agua a la temperatura de calibración θ_c , en gramos por mililitros. (0,99786 g/ml).

ANEXO 3.

PROCESO DE SAPONIFICACIÓN

Muestra = Aceite de girasol

Solución Muestra: En un beaker de 100 ml añadir un aproximado de 30 g de NaOH, posteriormente medir en un beaker de 1000 ml 120 g de H₂O. Agregar el NaOH al agua, mezclar por 3 minutos y dejar en reposo hasta que la temperatura disminuya ya que se produce una reacción exotérmica.

Con ayuda de un papel filtro, remover partículas suspendidas en el aceite, realizar este proceso hasta obtener 120 g de muestra libre de residuos y partículas suspendidas. (*calcular los 120 g con ayuda de una balanza analítica*).

A la solución madre, añadir los 120 g de muestra, con mucho cuidado calentar hasta los 80°C y mezclar de forma constante hasta obtener una consistencia cremosa y una saponificación completa.

Si se desea, añadir 0,5 ml del colorante de preferencia, 1 ml de esencia y mezclar por 5 minutos. Tomar el pH, si este es mayor a 8, neutralizar con ácido sulfónico, verter la mezcla final en los moldes asignados y dejar en reposo total. (*Se recomienda dejar en reposo por 48 horas*).

ANEXO 4

PRUEBAS DE CONTROL DE CALIDAD DEL JABÓN EN BARRA

Para verificar que el producto final, realizado en el laboratorio de la Universidad De América cumpla con los requerimientos mínimos de calidad debe pasar por una serie de pruebas y/o análisis, según el registro del INVIMA, el jabón debe contar con:

pH

✓ **Materiales**

- Beaker de 50ml
- Espátula
- Potenciómetro
- Agitador de vidrio

✓ **Reactivos**

- Agua desionizada

- ✓ **Proceso:** Tomar una pequeña porción de jabón y depositar en un beaker de 50 ml, dependiendo de la cantidad de jabón, añadir agua desionizada y agitar con una varilla de vidrio tal, que se observe una solución homogénea y semisólida

Finalmente calcular el pH con el potenciómetro.

- ✓ **Análisis:** Se debe obtener un pH de 5 a 7 (*Medio Neutro*).

Saponificación

✓ **Materiales**

- Erlenmeyer de 250 ml
- Plancha de calentamiento

- ✓ **Proceso:** Diluir 5 gramos de jabón en 200 ml de agua caliente (no en ebullición), no agitar, ni mezclar, esperar unos minutos a que se formen gotas de grasa, pasados 20 minutos, se esperar una disolución clara y sin gotas de grasa.

Prueba de espuma

✓ **Materiales**

- Beaker de 500 ML
- Agitador de vidrio
- Balanza
- Regla

✓ **Reactivos**

- Agua desionizada

- ✓ **Proceso:** Pesar una muestra de 3 gramos de jabón, diluir con 150 ml de agua desionizada, con ayuda de un agitador, mezclar perfectamente y dejar reposar por 3 minutos para que la espuma se estabilice en la parte de arriba, se mide con una regla graduada la altura de la espuma y la altura de la parte líquida, la altura de la espuma debe mantenerse por al menos 15 minutos.

Prueba de humedad

✓ **Materiales**

- Estufa
- Balanza
- Beaker 100 ML
- Desecador

- ✓ **Proceso:** Colocar por 30 minutos un Beaker de 100 ml en una estufa a 105°C, dejar reposar en un desecador por 30 minutos.

Pesar el beaker, añadir 5 gramos de jabón y pesar de nuevo.

Levar el beaker con la muestra a la estufa por 2 horas a 105°C, sacar de la estufa, dejar en el desecador por 30 minutos y pesar de nuevo.

Se realizan los siguientes cálculos:

$$\%HUMEDAD = \frac{(P_1 - P_2)}{(P_1 - P_0)} * 100$$

Ecuación 7. Porcentaje de humedad. Tomada de NTC 760.

Donde:

P_0 = Peso del Beaker vacío

P_1 = Peso de la muestra + Beaker

P_2 = Peso de la muestra seca + Beaker

Materia insoluble en alcohol

✓ **Material**

- Balanza
- Estufa
- Desecador
- Beaker de 50 mL

✓ **Reactivos**

- Alcohol etílico

✓ **Proceso:** Pesar 5 gramos de jabón, diluir con alcohol etílico al 96% mientras se aplica calor.

Tarar un papel filtro y filtrar la solución previa en este y guardar el precipitado. Colocar el papel filtro en la estufa por 3 horas, dejar enfriar en el desecador por 30 minutos y pesar la materia total insoluble en alcohol.

Se realiza el siguiente calculo:

$$\% \text{ INSOLUBLES} = \frac{\text{peso del residuo en gramos}}{\text{peso de la muestra en gramos}} * 100$$

Ecuación 8. Porcentaje de material insoluble en alcohol. Tomada de NTC 563.

Determinación de alcalinidad libre

✓ **Materiales**

- Soporte universal
- Balanza
- Pipeta Pasteur
- Bureta
- Erlenmeyer de 250 ML

- Espátula
- ✓ **Reactivos**
 - Alcohol etílico
 - Solución acida HCL 0,1N
 - Fenolftaleína
- ✓ **Proceso:** Pesar 5 gramos de jabón, diluir con alcohol etílico al 96% mientras se aplica calor.

Añadir 4 gotas de fenolftaleína y titular con HCL 0,1N.

Se realiza el siguiente cálculo:

$$\% \text{ ALCALINIDAD LIBRE} = \frac{\text{Volumen del titulante} * \text{Normalidad del HCL} * 4.0}{W \text{ de la muestra}}$$

Ecuación 9. Alcalinidad libre. Tomada de la NTC 514.

Donde:

Normalidad del HCL = 0,1N



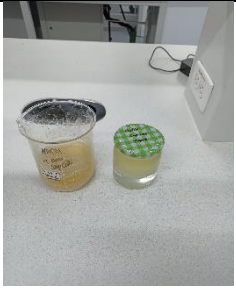





ANEXO 5.

RUTA DE DISEÑO EXPERIMENTAL

Se realizó el diseño experimental de las 8 rutas posibles descritas anteriormente en el diseño experimental y se realizó dos pruebas por cada ruta seleccionada, siguiendo el paso a pasó descrito en el diseño experimental.

Tabla 22

Pruebas de diseño experimental

TIPO DE ÁLCALI	PROCESO DE SAPONIFICACIÓN			
	EN FRÍO		EN CALIENTE	
	TEMPERATURA DE SEPARACIÓN			
	T AMB	T 3-4°C	T AMB	T 3-4°C
NAOH				
KOH				

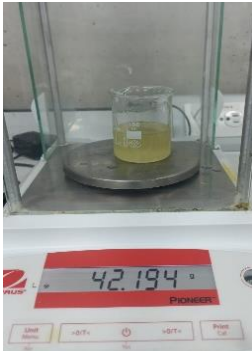
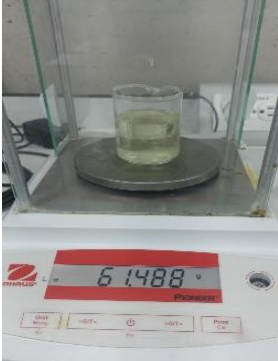
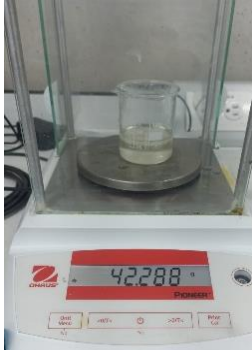

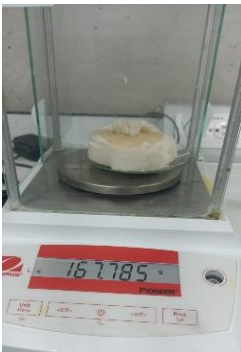
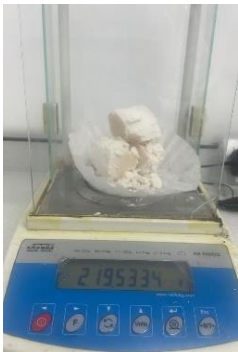
Nota. La tabla presenta las pruebas de diseño experimental

Después de realizar los 16 experimentos de las 8 rutas establecidas, se inició con el proceso de separación. El cual se encontraban la mezcla generada en el proceso de saponificación, que son la glicerina, el aceite y el jabón. La ruta que se escogió debido a que se obtuvo la mayor cantidad de jabón fue:

- ✓ Tipo de álcali: NaOH
- ✓ Proceso de saponificación: En frío
- ✓ Temperatura de separación: Temperatura 3-4°C

Tabla 23

Resultado de la ruta de experimento establecida

	Experimento 1	Experimento 2
Aceite		
Glicerina		
Jabón		

Nota. La tabla presenta el resultado de la ruta de experimento establecida.