

EPOXIDACIÓN DE OLEÍNA DE PALMA CON ÁCIDO PEROXIACÉTICO FORMADO IN SITU

PALM OLEINEPOXIDATION WITH PEROXYACETIC ACID GENERATED IN SITU

EPOXIDAÇÃO DE OLEÍNA DE PALMA COM ÁCIDO PEROXIACÉTICO FORMADO IN SITU

ERNESTO ZULETA S.¹, MARIEL MANTILLA M.², INDIRA AVENDAÑO G.³, LUÍS CARLOS DIAZ.⁴

RESUMEN

Este artículo presenta los resultados de un proyecto de investigación encaminado a evaluar las condiciones de producción de oleína de palma epoxidada mediante el método de ácido peroxiacético formado in situ. Los aceites epoxidados son sustancias químicas de gran importancia industrial, de uso directo como plastificantes, o como intermediarios en la fabricación de otros productos químicos de mayor valor agregado. Este trabajo realiza un aporte investigativo a nivel regional, brindando una alternativa de uso para la oleína de palma africana mediante su utilización en la obtención de un producto con alta potencialidad de producción y utilidad como son los aceites epoxidados. Bajo las condiciones de estudio, se pudo obtener una oleína de palma epoxidada con un porcentaje de oxígeno oxirano de 3,007%, valor comparable con el valor requerido para un aceite de soya epoxidado comercial según la normatividad nacional.

ABSTRACT

This article presents the results of a research project aimed at evaluating the production conditions of epoxidized palm olein through in situ generated peroxyacetic

Recibido para evaluación: 26/10/2010. **Aprobado para publicación:** 28/09/2012

- 1 Ingeniero Agroindustrial, Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico del Cesar: Universidad Popular del Cesar. Valledupar, Colombia. email: eczuletas@gmail.com
- 2 Ingeniera Agroindustrial. Grupo de Energías Alternativas y Biomasa. Universidad Popular del Cesar, Valledupar, Colombia.
- 3 Ingeniera Agroindustrial. Grupo de Energías Alternativas y Biomasa. Valledupar, Colombia.
- 4 Ingeniero de Minas. Grupo de Investigación en Sistemas y Productos Agroindustriales. Universidad Popular del Cesar, Valledupar, Colombia.

Correspondencia: eczuletas@gmail.com

acid method. Epoxidized oils are chemical substances of high industrial importance with direct use as plasticizers, or as intermediates in the manufacture of more elaborate chemicals. This work makes an investigative contribution at regional level providing an alternative use for palm olein in the production of value-added products such as epoxidized oils. Under the study conditions, it could be obtained epoxidized palm olein with oxirane oxygen percentage of 3,007%, which is comparable to the value required for commercial epoxidized soybean oil according to national regulations.

RESUMO

Este artigo apresenta os resultados de um projeto de pesquisa teve por objetivo avaliar as condições de produção de oleína de palmeira epóxido pelo método de ácido peracético formado in situ. Óleos epoxidados são substâncias químicas de importância industrial, utilizado como plastificantes ou como intermediários na fabricação de outros produtos químicos mais elaborados. Este trabalho faz uma contribuição para a pesquisa regional proporcionando uma alternativa de uso para a oleína de palma por uso na produção de produtos de valor acrescentado, tais como óleos epoxidados. Sob as condições do presente estudo, pode ser obtido epoxidado oleína de palma com oxirano percentagem de oxigénio de 3,007%, que é comparável ao valor necessário para um óleo de soja epoxidado comercial de acordo com os regulamentos nacionais.

INTRODUCCIÓN

Los aceites epoxidados son sustancias químicas de gran importancia a nivel industrial utilizados como plastificantes y estabilizantes en la industria de plásticos, especialmente en la producción de PVC, o como materias primas para la producción de otras sustancias como alcoholes, glicoles, alcanolaminas, compuestos carbonílicos, olefinas, poliésteres, etcétera [1, 2]. Estas sustancias a su vez hacen parte de materiales como poliuretanos, lubricantes, detergentes, insecticidas, líquido para frenos, agentes emulsionantes y modificantes, agentes suavizantes, intermediarios químicos, superficies activas y resinas epoxicas [3].

Si bien, los aceites epoxidados tradicionalmente se obtienen de aceites con alto índice de yodo como los aceites de soya y girasol, países como Malasia ya ha empezado utilizar la oleína de palma africana, como fuente alternativa para la producción de aceites epoxidados. Si tenemos en cuenta que Colombia es el quinto productor mundial de aceite de palma, con la producción de aceite epoxidado se abriría una gran alternativa para la oleína de palma como materia prima para el desarrollo de una industria oleoquímica nacional a partir de oleína de palma epoxidada.

La reacción por la cual se obtienen los aceites epoxidados se denomina epoxidación; a escala industrial, la epoxidación de aceites se lleva a cabo por medio de la reacción de Prilezhaev, en la cual un aceite insaturado reacciona con un ácido peroxycarboxílico para dar origen al correspondiente epóxido [4].

PALABRAS CLAVE:

Epóxido, Palma africana, *Elaeis guineensis*, Ácido acético.

KEYWORDS:

Epoxide, African oil palm, *Elaeis guineensis*, Acetic acid.

PALAVRAS CHAVE:

Epóxido, Palmeira-de-óleo-africana, *Elaeis guineensis*, Ácido acético.

Los ácidos peroxicarboxílicos más usados en la producción de epóxidos son el ácido peroxiacético y el ácido peroxifórmico (también denominados perácidos o peroxiácidos); estos perácidos se preparan por medio de la oxidación del respectivo ácido orgánico (acético o fórmico) con peróxido de hidrógeno. Aunque existen varias rutas para la obtención de estos perácidos, los métodos de perácido preformado y el de perácido formado *in situ* son los más utilizados. En EE.UU. la producción de aceite epoxidado se divide de manera casi igual entre los dos procesos, mientras que a escala mundial el proceso de perácido preformado comprende del 60 % al 70 % del mercado [5].

En el método de preformación del perácido, la producción del epóxido se da en dos etapas; en la primera se forma el perácido haciendo reaccionar el correspondiente ácido orgánico con peróxido de hidrógeno en presencia de un catalizador ácido. Luego el perácido es purificado y se hace reaccionar con el aceite a epoxidar. En el proceso de formación de perácido *in situ*, estas dos reacciones se realizan simultáneamente en el reactor donde se realiza el proceso.

En general el proceso de formación de perácido *in situ* es más seguro que el de perácido preformado [5, 6]. Esto se debe a que los ácidos peroxicarboxílicos preformados son muy inflamables e inestables, por lo que corren el riesgo de generar explosiones durante su manipulación. En cuanto al uso de ácido acético o ácido fórmico en la epoxidación de aceites, algunos estudios resaltan que el método de epoxidación *in situ*, se ve favorecido por el uso de ácido peracético pues este tiene mayor estabilidad que el ácido perfórmico [3].

La reacción de epoxidación mediante la formación del ácido peracético *in situ* sugerido por Gan *et. al.*

[7] y por Okieimen *et al.* [8] se muestra en la Figura 1. En esta reacción, el ácido acético reacciona de manera reversible con el peróxido de hidrógeno en presencia del catalizador ácido para producir ácido peracético y agua (a); luego el ácido peracético reacciona con el doble enlace del alqueno para producir el epóxido, quedando nuevamente el ácido acético como producto (b).

En este trabajo se evaluó la influencia de los factores i) concentración de ácido acético y ii) concentración de peróxido de hidrógeno, sobre el porcentaje de oxígeno oxirano de la oleína de palma epoxidada obtenida mediante la reacción de epoxidación con ácido peroxiacético formado *in situ*. También se evalúan diferentes métodos de neutralización o eliminación de la acidez final de la oleína de palma epoxidada.

MÉTODO

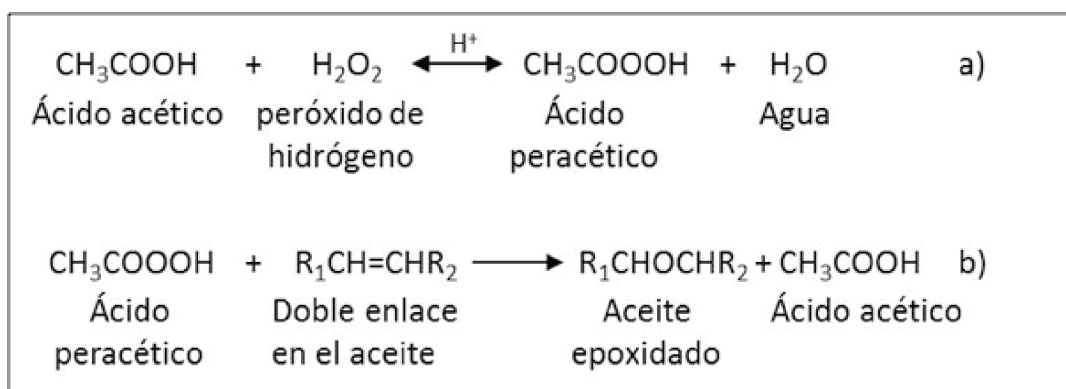
Materiales

La oleína de palma fue adquirida a través de la empresa Oleoflores S.A. (Agustín Codazzi, Cesar). Los reactivos usados en la reacción de epoxidación y para el análisis del producto final fueron de grado analítico; Se utilizaron peróxido de hidrógeno al 30% y ácido acético glacial, de alta pureza (Merck ®). Se utilizó ácido sulfúrico (98 %) como catalizador en la reacción de epoxidación.

Metodología

Caracterización de la oleína de palma. A la oleína de palma empleada en el proyecto se le realizaron pruebas de densidad, acidez e índice de yodo, mediante los

Figura 1. Reacción de epoxidación por ácido peracético formado *in situ* a) formación del peroxiácido b) formación del epóxido



procedimientos descritos por las normas NTC 336 [9], NTC 218 [10] y NTC 283 [11], respectivamente.

Epoxidación de la oleína de palma. Para evaluar las condiciones de obtención del aceite epoxidado, se realizó un diseño experimental factorial 3^2 para un total de 9 tratamientos. Cada tratamiento se evaluó por duplicado ($n=2$). Los factores de entrada fueron concentración de ácido acético y de peróxido de hidrógeno; el factor de salida fue porcentaje de oxígeno oxirano. En el Cuadro 1 se presenta los niveles utilizados de los factores de entrada.

La reacción de epoxidación se realizó en un reactor de vidrio de 500 ml conectado a un condensador de reflujo y a un sistema de calentamiento y agitación magnética. La temperatura y tiempo de reacción fueron de 70 °C y 4 horas respectivamente. Terminada la reacción se formaron dos fases, una oleosa y otra acuosa (agua ácida), las cuales fueron separadas por centrifugación.

La fase oleosa se sometió a un lavado con una solución de bicarbonato de sodio (NaHCO_3) al 1% con el fin de neutralizar el exceso de ácidos presentes en el producto final. Para eliminar la presencia de solución de bicarbonato de sodio se lavó el producto con agua caliente (a 70 °C) tres veces consecutivas. A los productos obtenidos de cada tratamiento se les realizaron pruebas de número ácido y oxígeno oxirano mediante los procedimientos descritos en las normas NTC 3305 [12] y NTC 2366 [13] respectivamente.

La ecuación 1 se utiliza para calcular el número ácido, donde NA es el número ácido expresado en mg de KOH por gramos de muestra, A es el volumen de la solución de hidróxido de potasio requerido para la titulación de la muestra (ml), B es el volumen de la solución de hidróxido de potasio requeridos para la titulación del blanco (ml), M es la molaridad de la solución de hidróxido de potasio (mol/L) y m es la masa de la muestra usada (g).

$$NA = \frac{(A - B) \times M \times 56,1}{m} \quad (\text{Ec. 1})$$

La ecuación 2 se utiliza para calcular el valor de oxígeno oxirano, donde C es el valor de oxígeno oxirano (% p/p), B es el volumen de la solución de hidróxido de sodio requerido para la titulación del blanco (ml), T es el volumen de la solución de NaOH, requerido para

Cuadro 1. Factores utilizados en el diseño experimental

Factores	Niveles		
Ácido acético (%)	5	7,5	10
Peróxido de hidrógeno (%)	15	20	25

la titulación de la muestra (ml), N es la normalidad de la solución de hidróxido de sodio, NA es el número ácido calculado con la ecuación 1 y G es la masa de la muestra en gramos.

$$C = \frac{(B - T) \times N \times 1,6}{G} \quad (\text{Ec. 2})$$

Comparación experimental de los métodos de disminución de la acidez. Debido a que en la reacción epoxidación se obtiene como subproducto el ácido acético, el aceite epoxidado tiene un número ácido muy elevado. La norma NTC 2366 [13], la cual establece los requisitos que deben cumplir los aceites vegetales epoxidados de soya y linaza usados en Colombia, limita el valor máximo de acidez permitido en el aceite epoxidado dependiendo de su aplicación. Los valores de acidez y otros requisitos estipulados en la norma NTC 2366 se presentan en el Cuadro 2.

Con el fin de determinar el mejor método de remoción del exceso de acidez en el aceite epoxidado, se realizó un experimento unifactorial aleatorizado. La comparación experimental de los diferentes métodos se llevó a cabo con soluciones de NaOH, Na_2CO_3 , y NaHCO_3 a diferentes concentraciones. Los métodos empleados se describen en el Cuadro 3.

Para cada tratamiento se mezclaron aproximadamente 20 ml de oleína epoxidada y 30 ml de la respectiva solución en un tubo de ensayo y se agitaron vigorosamente por aproximadamente 1 minuto; luego de mezcladas las fases, estas se separaron por centrifugación, y con la ayuda de una pipeta se retiró la fase acuosa. Una vez realizado este proceso se le adicionó agua caliente a cada muestra dentro del tubo de ensayo con el fin de eliminar restos de solución; este último paso se repite por tres veces. Finalmente a cada muestra de oleína epoxidada tratada bajo los diferentes métodos se les determinó el número ácido (Ecuación 1). Cada método se evaluó por duplicado.

Evaluación del rendimiento de la reacción de epoxidación. Dinda *et al.* [14], reportan una ecuación para

Cuadro 2. Requisitos para los aceites epoxidados de soya y linaza (NTC 2366)

Requisitos Específicos	Aceite epoxidado de soya		Aceite epoxidado de linaza	
	Grado alimento o farmacéutico	Grado industrial	Grado alimento o farmacéutico	Grado industrial
Número Acido máximo (mg KOH/g)	0,7	0,7	1	0,7
Oxígeno oxirano mínimo (%)	6	3,5	9	8
Requisitos generales	Los aceites vegetales epoxidados deben ser líquidos transparentes a temperaturas superiores o iguales a 35 °C. El olor característico del aceite epoxidado de soya o linaza grado alimento o farmacéutico, deberá ser en todos los casos, menor al industrial, según lo acordado entre el cliente y el proveedor.			

calcular el porcentaje máximo de oxígeno oxirano teórico que puede llegar a alcanzar un determinado aceite. Este oxígeno oxirano teórico está en función de índice de yodo del aceite y se calcula con la ecuación 3.

$$OO_T = \left[\frac{\left(\frac{IV}{2A_i} \right)}{100 + \left(\frac{IV}{2A_i} \right) A_o} \right] \times A_o \times 100 \quad (\text{Ec.3})$$

Dónde OOT es el porcentaje de oxígeno oxirano teórico (% p/p), IV es el índice de yodo del aceite (g I₂/100 g de muestra), A_i es el peso molecular de yodo, y A_o es el peso molecular del oxígeno.

A partir del OO_T de un aceite, y el máximo porcentaje de oxígeno oxirano obtenido en los tratamientos

evaluados, se calculó el porcentaje relativo de conversión a oxígeno oxirano R_o mediante la Ecuación 4.

$$R_o = \frac{OO_F}{OO_T} \times 100 \quad (\text{Ec.4})$$

Dónde R_o es el rendimiento de la reacción (%), OO_F es el porcentaje de oxígeno oxirano obtenido (%) y OO_T es el porcentaje de oxígeno oxirano teórico calculado a partir de la Ecuación 3.

Análisis estadístico. Los resultados del diseño experimental factorial realizado para el valorar la reacción de epoxidación, se analizaron mediante un análisis de varianza factorial (ANOVA). Los resultados del diseño para comparar los métodos de remoción del exceso de acidez se analizaron mediante un análisis de varianza unifactorial. Para estos análisis se utilizó el software Statgraphics. Los análisis de varianza se realizaron con un nivel de significancia (α) de 0,05. Se realizó una prueba de rangos múltiples por el método de Duncan, para determinar cuáles tratamientos de la prueba de epoxidación presentan diferencia estadística significativa. Esta prueba se realizó con un nivel de significancia (α) de 0,05.

RESULTADOS

Caracterización de la oleína de palma

La oleína de palma se caracterizó mediante procedimientos establecidos por normas nacionales. El índice de acidez de la oleína de palma fue de 0,127 mg KHO/g; la densidad fue de 0.9011 g/ml; el índice de yodo fue de 58,24 g I₂/100 g. Estos valores están den-

Cuadro 3. Métodos evaluados para la disminución de la acidez de la oleína de palma epoxidada

Métodos	Descripción
P1	Adición de solución de NaOH 0,1 N, seguido de adición de agua caliente por tres veces
P2	Adición de solución de NaOH al 1 %(p/v), seguido de la adición de agua caliente por tres veces
P3	Adición de solución de Na ₂ CO ₃ al 1 %(p/v), seguido de la adición de agua caliente por tres veces
P4	Adición de solución de NaHCO ₃ al 1 %(p/v), seguido de la adición de agua caliente por tres veces
P5	Adición de agua caliente por siete veces

tro de los rangos establecidos por otros autores para la oleína de palma [15, 16].

Epoxidación de la Oleína de Palma

En el Cuadro 4 se muestran los resultados del diseño experimental ejecutado para evaluar la epoxidación de la oleína de palma; en él se muestra el número ácido promedio y el porcentaje de oxígeno oxirano promedio para cada tratamiento.

Todos los tratamientos generaron un número ácido por debajo de 1 mg KOH/g; como se puede observar, a mayor cantidad de ácido acético adicionado en el tratamiento, mayor cantidad de acidez promedio residual. Esto se debe a que en la reacción, el ácido acético que se adiciona se obtiene como subproducto de la reacción, quedando emulsionado junto al aceite epoxidado.

Si bien existe una variación del número ácido promedio de los tratamientos, la prueba de rangos múltiples arroja que estos valores no presentan diferencias estadísticas significativas entre sí, a excepción del tratamiento 7, el cual presenta un número ácido más alto que los demás (marcado con la letra B en la quinta columna del Cuadro 4).

Los tratamientos en los que se utilizó un 15 % de peróxido de hidrógeno presentan los valores de oxígeno oxirano promedio más bajos, mientras que los que se realizaron con 20 y 25 % de peróxido de hidrógeno, presentaron un porcentaje de oxígeno oxirano promedio

por encima de 2,8 %. El mayor porcentaje de oxígeno oxirano (3,007 %), se obtuvo en el tratamiento que empleó un 7,5 % de ácido acético y un 25 % de peróxido de hidrógeno; este valor está un poco por debajo del mínimo porcentaje de oxígeno oxirano requerido para el aceite epoxidado de soya grado industrial (Cuadro 2).

Mediante la prueba de rangos múltiples se determinó que algunos tratamientos no presentan diferencia estadística significativa entre sí en cuanto al porcentaje de oxígenos oxirano. Los tratamientos del Cuadro 4 que presentan letras comunes en la columna de tratamientos iguales para oxígeno oxirano no presentan diferencia estadística significativa para esta variable de salida.

Los tratamientos con concentraciones de peróxido de hidrógeno de 15 % (tratamientos 3, 6 y 9), son estadísticamente iguales en cuanto al porcentaje de oxígeno oxirano, y presentaron en promedio valores más bajos de oxígeno oxirano que el resto de los tratamientos.

A partir de los resultados de porcentaje de oxígeno oxirano de la epoxidación de la oleína de palma, se realizó un análisis de varianza para el diseño factorial (Cuadro 5). Con este análisis se determinó que el factor concentración de ácido acético no presenta efecto principal, por lo que no existe un cambio estadísticamente significativo en la variable de salida al variar los niveles de este factor. Esto indicaría que para un posible proceso a mayor escala, el valor de 5 % de concentración de ácido acético evaluado, sería suficiente para obtener un aceite epoxidado con valores de porcentaje de

Cuadro 4. Resultados epoxidación de la oleína de palma

Tratamiento	Ácido acético (%)	Peróxido de hidrógeno (%)	número ácido ^a (mg KOH/g)	Tratamientos iguales ^b según número ácido (mg KOH/g)	oxígeno oxirano ^a (%)	Tratamientos iguales ^b para oxígeno oxirano (%)
1	10	25	0,478 ± 0,001	A	2,909 ± 0,051	A
2	10	20	0,447 ± 0,042	A	2,806 ± 0,031	A
3	10	15	0,419 ± 0,084	A	2,266 ± 0,089	B
4	7,5	25	0,448 ± 0,126	A	3,007 ± 1,080	A
5	7,5	20	0,328 ± 0,044	A	2,830 ± 1,175	A
6	7,5	15	0,358 ± 0,168	A	2,256 ± 0,102	B
7	5	25	0,741 ± 0,117	B	2,812 ± 0,737	A
8	5	20	0,298 ± 0,083	A	2,811 ± 0,654	A
9	5	15	0,266 ± 0,037	A	2,193 ± 1,976	B

^aEl error se calcula como $\pm t \cdot s / \sqrt{n}$, donde se t se calcula para $\alpha=0,05$ con $n=2$; s es la desviación estándar para cada tratamiento.

^b La igualdad entre los tratamientos se evaluó mediante la prueba de rangos múltiples de Duncan a un $\alpha=0,05$

Cuadro 5. Análisis de varianza para el porcentaje de oxígeno oxirano ($\alpha = 0,05$)

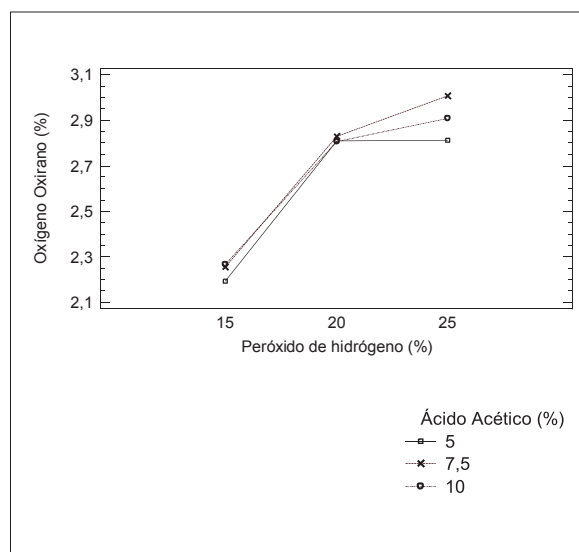
Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	F ₀	P
Ácido acético (%)	0,026	2	0,013	1,27	0,33
Peróxido de hidrógeno (%)	1,583	2	0,791	77,24	0,00
Interacción	0,019	4	0,004	0,47	0,76
Error	0,092	9	0,010		
Total	1,721	17			

oxígeno oxirano comparables a los de 7,5 y 10 %, lo que significaría un ahorro en costos de insumos.

Para el factor concentración de peróxido de hidrógeno, el análisis de varianza muestra que este factor sí presenta efecto principal, ya que los cambios en los niveles de este factor ocasionan un cambio estadísticamente significativo en el porcentaje de oxígeno oxirano ($P = 0,00 < \alpha = 0,05$).

Con respecto a los efectos de interacción entre los factores, el análisis de varianza muestra que no existe interacción entre los factores en estudio ($P = 0,76 > \alpha = 0,05$), es decir, que los valores que toman los niveles de un factor, no dependen de los niveles del otro factor. En la gráfica de interacción (Figura 2) se puede observar como las líneas de concentración de peróxido de hidrógeno presentan patrones similares, lo que confirma lo establecido en el análisis de varianza para la interacción entre los factores.

Figura 2. Grafica de interacción de los factores evaluados en la reacción de epoxidación



Comparación experimental de los métodos de disminución de la acidez

En el Cuadro 6 se presentan el número ácido y las características físicas de la oleína epoxidada después de ser tratada bajo cada método. En general todos los métodos generan números ácidos por debajo de lo establecido para los aceites de soya y linaza en la norma NTC 2366 (Cuadro 2). Las características finales de la oleína epoxidada tratada bajo los diferentes métodos son buenas, a excepción del método P2, en el cual el producto final presentó un aspecto emulsionado.

Con el fin de determinar si existe alguna diferencia estadística significativa entre los valores promedios de los números ácidos finales de los diferentes métodos evaluados para la neutralización de la oleína epoxidada, se realizó un análisis de varianza a un 95 % de confianza ($\alpha = 0,05$). Este análisis se realizó con ayuda del software estadístico Statgraphics; en el Cuadro 7 se muestra el resultado del análisis de varianza.

Para determinar la igualdad de las medias de los tratamientos evaluados en un análisis de varianza para los métodos de neutralización, se compararon el valor F₀ calculado con el valor F asociado a los grados de libertad de la fuente de variación entre los tratamientos y dentro de los tratamientos, y al nivel de significancia α . En este caso, como el valor F₀ = 1,22 es menor que F_{0,05, 4, 5} = 5,19, no existe diferencia estadística significativa entre los valores medios de número ácido entre los métodos evaluados.

El hecho de que no existan diferencias estadísticamente significativas entre los métodos de neutralización que utilizan diferentes concentraciones de NaOH, Na₂CO₃ y NaHCO₃ y el método con solo agua caliente, se podría deber a que el ácido acético residual no se encuentra disuelta en él en el aceite epoxidado, sino que se encuentra emulsionado. Esto indicaría que es la adición de agua caliente al final de los métodos P1, P2, P3 y P4

Cuadro 6. Resultados de los diferentes métodos de disminución de la acidez

Métodos	Número Ácido ^a (mg KOH/g)	Características del Producto final (oleína epoxidada)
P1	0,558 ± 0,123	Color levente amarillo, un poco emulsionado y viscoso; olor suave.
P2	0,492 ± 0,103	Color crema, emulsionado y viscoso; olor suave.
P3	0,493 ± 0,135	Color levemente amarillo, viscoso; olor suave.
P4	0,554 ± 0,097	Color blanco cremoso, viscoso y olor suave.
P5	0,427 ± 0,102	Color blanco y olor suave.

^aEl error se calcula como $\pm t \cdot s / \sqrt{n}$, donde se t se calcula para $\alpha=0,05$ con $n=2$; s es la desviación estándar para cada método.

Cuadro 7. Análisis de varianza para la comparación de los métodos de neutralización ($\alpha = 0,05$)

Fuente de Variación	Suma de Cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado medio	F ₀
Entre los tratamientos	0,0218836	4	0,00547091	1,22
Dentro de los tratamientos	0,0223881	5	0,00447763	
Total	0,0442718	9		

la que disminuye la acidez del epóxido por rompimiento de la emulsión más que la neutralización.

Lo anterior también explicaría por qué, si bien mediante el análisis estadístico se concluye que los métodos de neutralización no presentan diferencias estadísticas entre sí, el método P5, que es el más intensivo en el uso de agua caliente, presenta el valor de número ácido promedio más bajo y mejores características físicas.

Evaluación del rendimiento de la reacción de epoxidación

En el Cuadro 8 se compara el mayor porcentaje de oxígeno oxirano obtenido en este estudio con los re-

sultados obtenidos por otros investigadores; se puede apreciar como el mayor valor de oxígeno oxirano para la oleína de palma establecido en este trabajo presenta resultados similares a los reportados por Medina et al.[16] y Duque [17] para aceite de palma, y mayor que el reportado por Medina et al.[16] para aceite de ricino; sin embargo, y como es de esperar, los aceites con más alto índice de yodo como el de linaza y soya, producen un mayor porcentaje de oxígeno oxirano que la oleína de palma.

A partir de la Ecuación 3, se calculó que el máximo porcentaje de oxígeno oxirano teórico para la oleína de palma evaluada es de 3,54 % (índice de yodo 58,24 g I₂/100 g); con el mayor porcentaje de oxígeno oxirano

Cuadro 8. Comparación de los resultados obtenidos, con lo reportado por otros autores

Referencia	Aceite epoxidado	Índice de yodo del aceite (I ₂ /100 g)	Oxígeno Oxirano (%)
Mejor condición evaluada	Oleína de palma	58,24	3,007
Dindaet al. [14]	Algodón	105,5	4,864
Medina et al. [16]	Ricino	82-90	2,159
Medina et al. [16]	Palma	52,9	2,81
Medina et al. [16]	Soya	128	6,07
Rüsch gen. Klaaset al. [18]	Linaza	184	9,9
Rüsch gen. Klaaset al. [18]	Soya	130	7,1
Duque [17]	Oleína de Palma	77,56	3,0

obtenido en las pruebas de epoxidación (3,007 %) el rendimiento de reacción sería de 84,90 %, valor que se puede considerar significativo alto para este proceso.

CONCLUSIONES

Bajo las condiciones de estudio se logró obtener una oleína de palma epoxidada con un porcentaje de oxígeno oxirano del 3,007%, valor comparable con lo reportado en las referencias para este aceite, y cercano al mínimo porcentaje de oxígeno oxirano requerido para el aceite epoxidado de soya grado industrial (3,5 %). Se recomienda evaluar mezclas de oleína de palma con otros aceites insaturados de mayor índice de yodo (como soya y linaza) con el fin de aumentar el porcentaje de oxígeno oxirano teórico de la mezcla y poder satisfacer los requerimientos normativos.

De los dos factores evaluados en la reacción de epoxidación *in situ* de oleína de palma, concentración de ácido acético y concentración de peróxido, solo este último presentó efecto principal, es decir que los cambios en los niveles de este factor originan cambios estadísticamente significativos en la variable de salida (porcentaje de oxígeno oxirano).

Todos los métodos de neutralización evaluados demostraron dar una buena reducción de la acidez de la oleína de palma epoxidada, con valores finales menores a 1 mg KOH/g de muestra; esto indica que los métodos utilizados para la reducción de la acidez logran disminuir y retirar la acidez del producto final. Sin embargo, sería importante tener en cuenta en posteriores trabajos la viabilidad técnica y económica de los métodos de reducción de la acidez para escalas mayores de producción. Se recomienda la realización de trabajos futuros en donde se explore la cinética de reacción de la epoxidación de oleína de palma, y la evaluación de la reacción mediante técnicas instrumentales de fácil manejo en el sector de la agroindustria de la palma en el país.

REFERENCIAS

- [1] GOUD, V.V., PRADHAN, N.C., and PATWARDHAN, A.V. Epoxidation of karanja (*Pongamia glabra*) oil by H_2O_2 . Journal of the American Oil Chemists' Society, 83 (7), 2006, p. 635-640.
- [2] NUNES, M.R.D.S., MARTINELLI, M. and PEDROSO, M.M. Epoxidação do óleo de mamona e derivados empregando o sistema catalítico VO (acac)₂/TBHP. Química Nova, 31 (4), 2008, p. 818-821.
- [3] DU-PONT. Epoxidation and hidroxylation with hydrogen peroxide. E.I.Du Pont de Nemours & Co. 1930, 11 p.
- [4] RIOS, L.A., WECKES, P., SCHUSTER, H. and HO-ELDERICH, W.F. Mesoporous and amorphous Ti-silicas on the epoxidation of vegetable oils. Journal of Catalysis, 232 (1), 2005, p. 19-26.
- [5] KIRK, R.E. y OTHMER, D.F. Enciclopedia de Tecnología Química. Mexico: Limusa, Noriega Editores, 1998, 1494 p.
- [6] CAMPANELLA, A., FONTANINI, C. and BALTA-NÁS, M.A. High yield epoxidation of fatty acid methyl esters with performic acid generated in situ. Chemical Engineering Journal, 144 (3), 2008, p. 466-475.
- [7] GAN, L.H., GOH, S.H. and OOI, K.S. Kinetic studies of epoxidation and oxirane cleavage of palm olein methyl esters. Journal of the American Oil Chemists' Society, 69 (4), 1992, p. 347-351.
- [8] OKIEMEN, F.E., BAKARE, O.I. and OKIEMEN, C.O. Studies on the epoxidation of rubber seed oil. Industrial Crops and Products, 15 (2), 2002, p. 139-144.
- [9] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 336: Grasas y aceites animales y vegetales. Método de la determinación de la densidad (masa por volumen convencional). Bogotá (Colombia): 2002, 11 p.
- [10] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 218: Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. Bogotá (Colombia): 1999, 12 p.
- [11] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 283: Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de yodo. Bogotá (Colombia): 1998, 4 p.
- [12] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 3305: Plásticos. Muestreo y evaluación de los plastificantes utilizados en plásticos. Bogotá (Colombia): 1997, 8 p.
- [13] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS (ICONTEC). Norma Técnica Colombiana NTC 2366 Plásticos. Aceites vegetales epoxidados de soya y linaza. Bogotá (Colombia): 2000, 11 p.

- [14] DINDA, S., PATWARDHAN, A.V., GOUD, V.V., and PRADHAN, N.C., Epoxidation of cottonseed oil by aqueous hydrogen peroxide catalysed by liquid inorganic acids. *Bioresource Technology*, 99 (9), 2008, p. 3737-3744.
- [15] BASIRON, Y. *Bailey's Industrial Oil and Fat Products. Palm Oil*. John Wiley & Sons, 2, 2005, p. 333-429.
- [16] MEDINA, S., SIERRA, C. y ORJUELA, A. Producción de polioles a partir de aceites vegetales para formulación de sistemas de poliuretano. *Memorias XXI Interamerican Confederation of Chemical Engineering*. (Buenos Aires) Argentina: 2006, p. 45-46.
- [17] DUQUE U.J. Exploración de la reacción de epoxidación del aceite de palma a escala de un litro [Tesis Ingeniero Químico]. Bogotá (Colombia): Universidad de los Andes, Departamento de ingeniería química, 2006, 39 p.
- [18] RÜSCH, G.E.N., KLAAS, M. and WARWEL, S. Complete and partial epoxidation of plant oils by lipase-catalyzed perhydrolysis. *Industrial Crops and Products*, 9 (2), 1999, p. 125-132.