

Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite
Cenipalma

**Manual de procedimientos de
laboratorio en plantas de beneficio**

Manual de procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio

© Publicación de la Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma)

Cofinanciado por

Autores

Silvia L. Cala A.; Edgar E. Yáñez A.; Jesús A. García N.

Aserora Estadística

Dra. Eloína Mesa Fúquen

Colaboradores

Extractora Monterrey S.A

Agroince Ltda y Cía. SCa.

Laboratorio de Caracterización de Aceites Cenipalma

Agradecimientos

Ing. Carlos Fernández (Palmas del Cesar S.A)

Ing. Harold Suárez (Palmeras de Puerto Wilches)

Comités Asesores de Plantas de Beneficio

Fedepalma - Fondo de Fomento Palmero

Coordinación editorial

Patricia Bozzi

Corrección de estilo

Marlyn Ahumada Yanet

Fotografías

Colección fotográfica de Cenipalma

Diseño y diagramación

Carlos Sandoval - Pigmalión

Impresión

Javegraf

Cenipalma

Calle 20A N° 43A – 50. Piso 4°.

Teléfono: 2086300 Fax: 2444711

www.cenipalma.org

Bogotá, D.C., Colombia

Septiembre de 2011

ISBN: 978-958-8360-27-0

Presentación

Cenipalma, en trabajo conjunto con sus comités asesores de plantas de beneficio, desarrolló la primera versión de un manual de laboratorio para plantas de beneficio de fruto de palma. En esa ocasión, el documento se orientó a recopilar las metodologías estándar establecidas en Colombia, para lo cual se apoyó en la experiencia y el liderazgo técnico de Cenipalma. Luego, atendiendo los requerimientos internacionales en sistemas de gestión de calidad, las plantas de beneficio iniciaron la implementación de sistemas orientados a buscar la certificación de sus procesos industriales, en procura de garantizar altos grados de eficiencia de gestión y operación en sus actividades.

Entre los requerimientos se incluyó la necesidad de documentar, referenciar y soportar estadísticamente los procedimientos rutinarios de muestreo y análisis realizados en laboratorio para el control de pérdidas de aceite y almendra, teniendo en cuenta la ausencia de normas internacionales estandarizadas que pudieran ser referenciadas y adoptadas por la agroindustria palmera.

Con estas bases, Cenipalma desarrolló varios proyectos de investigación tendientes a evaluar la representatividad estadística de los muestreos realizados en plantas de beneficio, estableciendo frecuencias, cantidades, puntos de muestreo, etc., para los análisis de pérdidas de aceite y almendra en el proceso. Y si bien la elaboración y publicación de una segunda edición tuvo algún retraso, su contenido es más completo.

De manera que es muy satisfactorio para Cenipalma entregar esta segunda versión del manual de laboratorio de plantas de beneficio, en cuatro capítulos principales. El primero contiene las generalidades, la descripción de los materiales y los equipos mínimos con los que debe contar un laboratorio, así como los fundamentos de su mantenimiento; además, señala los elementos de protección que garantizan niveles adecuados de seguridad.

El capítulo 2 se concentra en la necesidad de garantizar la calidad de la materia prima y los principales productos del proceso de extracción, como son los aceites de palma y de palmiste y la

torta de palmiste; con ese objeto, se describen los análisis y las metodologías que se han de emplear para cada uno de ellos.

En el capítulo 3 se presentan las metodologías de muestreo y análisis de pérdidas de aceite y almendra, mediante cuya aplicación es posible estimar la eficiencia del proceso de extracción de aceite y recuperación de almendra, y consecuentemente, para calcular el llamado balance de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Asimismo, se redesciben algunos análisis rápidos que resultan necesarios para el control de los procesos.

En los capítulos 2 y 3, luego de describir la metodología para cada uno de los muestreos y análisis, se presenta un diagrama de flujo que muestra de manera esquemática cada una de las etapas de la metodología, y que se constituye en una guía fácil que pueda ser mantenida dentro del laboratorio para su consulta por todos los operarios.

Por último, el capítulo 4 enseña las metodologías empleadas para la caracterización de aguas residuales y para las calderas, así como la preparación de los reactivos requeridos en este tipo de análisis. Como anexo principal al tema tratado en el capítulo 3, y como documento soporte para los sistemas de gestión de calidad de las plantas de beneficio, se muestran los ensayos y argumentos estadísticos y experimentales que soportan las frecuencias, tamaños y métodos de muestreo requeridos para la estimación de pérdidas en el proceso.

De esta manera, se ha podido consolidar un documento de referencia y soporte técnico que será de gran relevancia para el sector palmero colombiano, como quiera que guiará el buen desarrollo de las actividades de control de procesos y de gestión de mejoramiento en todas las plantas de beneficio, las cuales se fundamentan en la información que se genera en sus correspondientes laboratorios de calidad.

José Ignacio Sanz Scovino
Director Ejecutivo Cenipalma

Contenido

Capítulo 1. Generalidades y aspectos de seguridad	9
Objetivo	11
Registros	11
Inventario de equipos y reactivos	11
Cuidados y limpieza	12
Aspectos de seguridad	12
Precauciones contra el fuego	12
Elementos de protección	14
Capítulo 2. Control de calidad en plantas de beneficio	15
Calidad de racimos en plataforma	17
Calidad del aceite	18
Contenido de ácidos grasos libres (AGL) en aceites de palma y de palmiste	18
Humedad y materia volátil	22
Humedad con desecador halógeno o desecador infrarrojo (análisis opcional)	24
Impurezas insolubles	25
Índice de peróxidos	27
Índice de deterioro a la blanqueabilidad (DOBI)	29
Calidad de la almendra	32
Muestreo de almendra para análisis de calidad	32
Ácidos grasos libres (AGL) en almendra	33
Humedad de la almendra	36
Impurezas de la almendra	38
Contenido de aceite en la almendra	40
Calidad de la torta de palmiste	44
Humedad de la torta de palmiste	44
Contenido de aceite en la torta de palmiste	46
Capítulo 3. Balance de pérdidas de aceite y almendra y control de proceso	51
Determinación de pérdidas de aceite	53
Contenido de aceite en tusa	53
Contenido de aceite en tusa proveniente de racimos fracturados (método alternativo)	59
Contenido de aceite en frutos adheridos a tusa	64
Contenido de aceite en fibras	69
Contenido de aceite en condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluentes totales	74
Contenido de aceite en nueces	79
Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción soxhlet	83
Determinación de pérdidas de almendra	86
Contenido de almendra en fibras	86
Contenido de almendra en cáscaras secas y húmedas	88
Cálculos para la elaboración del balance de pérdidas de aceite y almendra	91
Determinación de flujos máxicos en puntos de pérdida	94
Flujo de efluentes: condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluente total	95

Cálculo de la eficiencia de extracción de aceite y almendra	97
Control de proceso	98
Análisis rápidos en clarificación	98
Racimos mal desfrutados	100
Rotura en torta de prensa	101
Rotura en mezcla triturada	104
Histograma de nueces	107
Capítulo 4. Análisis de aguas y preparación de reactivos	109
Análisis de aguas residuales	111
Alcalinidad	111
Ácidos grasos volátiles (método de destilación)	112
Ácidos grasos volátiles (método volumétrico)	113
Capacidad búfer	114
Demanda química de oxígeno (DQO)	115
Análisis para el tratamiento de agua de calderas	118
Residual de sulfitos	118
Sólidos disueltos totales	118
Oxígeno disuelto (modificación del nitruro)	119
Hierro total en aguas tratadas por comparación visual (método de la fenantrolina)	121
Dureza (método EDTA)	122
Preparación de reactivos	123
Valoración del hidróxido de sodio con ftalato ácido de potasio	123
Valoración del hidróxido de sodio con ácido sulfúrico 0.1 N (opcional)	123
Preparación del ácido sulfúrico 0.1 N	124
Preparación de ácido sulfúrico 1:1	124
Preparación de la fenolftaleína al 1% en etanol al 95%	124
Preparación del hidróxido de sodio 0.1 N	125
Neutralización del alcohol etílico	125
Solución estándar de carbonato de sodio 0.1 N	126
Ácido sulfúrico 0.1 N	126
Tiosulfato de sodio 0.1 N	127
Preparación del dicromato de potasio 0.25	128
Sulfato de plata en ácido sulfúrico	128
Solución de sulfato ferroso amoniacal (FAS) 0.25 N	129
Valoración del sulfato ferroso amoniacal (FAS) 0.25 N	129
Anexo 1. Evaluación de metodologías para la elaboración de balance de pérdidas de aceite y almendras	131
Anexo 2. Clasificación de riesgos, peligros especiales, precauciones aconsejables y aspectos de seguridad para solventes utilizados en laboratorio	153
Bibliografía	171

Índice de tablas

Tabla 1. Clasificación de riesgos	13
Tabla 2. Número de sacos a ser muestreados	32
Tabla 3. Número de incrementos para grano a granel de más de 500 toneladas	33
Tabla 4. Diferencias de peso antes y después de la extracción por soxhlet con cartuchos sometidos a tara inicial	84
Tabla 5. Formato de registro y cálculo de las pérdidas de aceite en una planta extractora	91
Tabla 6. Formato de registro y cálculo de las pérdidas de almendra en una planta extractora	
Tabla 7. Volumen de muestra de acuerdo con la alcalinidad esperado para análisis de alcalinidad en aguas residuales	111
Tabla 8. Reporte de los diferentes tipos de alcalinidad, de acuerdo con los resultados de la titulación	112
Tabla 9. Dilución de la muestra según la DQO esperada	116
Tabla 10. Cantidad de reactivos usados de acuerdo con el volumen de muestra	117

Índice de figuras

Figura 1.	Diagrama de flujo para análisis de calidad de racimos en plataforma	19
Figura 2.	Diagrama de flujo para contenido de AGL en aceite de palma y palmiste	21
Figura 3.	Diagrama de flujo para humedad y materia volátil en aceite crudo	23
Figura 4.	Diagrama de flujo para contenido de humedad y materia volátil utilizando desecador halógeno o infrarrojo	24
Figura 5.	Diagrama de flujo para impurezas insolubles en el aceite crudo	26
Figura 6.	Diagrama de flujo para determinación de DOBI	31
Figura 7.	Diagrama de flujo para evaluación de AGL en almendra	35
Figura 8.	Diagrama de flujo para determinación de humedad en almendra	37
Figura 9.	Diagrama de flujo para determinación de impurezas en almendra	39
Figura 10.	Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en almendra	42
Figura 11.	Diagrama de flujo para evaluación de humedad en torta de palmiste	45
Figura 12.	Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en torta de palmiste	48
Figura 13.	Diagrama de flujo para evaluación de pérdida de aceite en tusa	56
Figura 14.	Diagrama de flujo evaluación de contenido de aceite en tusa (racimos modificados)	61
Figura 15.	Diagrama de flujo para determinación del contenido de aceite en frutos adheridos a tusa	67
Figura 16.	Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en fibra	72
Figura 17.	Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de aceite en condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluentes totales	77
Figura 18.	Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de aceite en nueces	81
Figura 19.	Sistema de extracción tipo soxhlet	85
Figura 20.	Diagrama de flujo para la determinación de pérdida de almendra en fibras	87
Figura 21.	Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de almendra en cáscaras secas y húmedas	90
Figura 22.	Diagrama de flujo para la realización de análisis rápidos en clarificación	99
Figura 23.	Diagrama de flujo para evaluación de racimos mal desfrutados	101
Figura 24.	Diagrama de flujo para la evaluación de rotura en torta de prensas	103
Figura 25.	Diagrama de flujo para la evaluación de rotura en mezcla triturada	106
Figura 26.	Diagrama de flujo para la elaboración de histograma de nueces	107

Capítulo 1

Generalidades y aspectos de seguridad



Objetivo

El objetivo general de este documento es presentar a los interesados en las plantas de beneficio las metodologías elaboradas para realizar análisis de laboratorio en los siguientes aspectos: evaluación de parámetros de calidad de los aceites de palma y de palmiste, determinación de las pérdidas de aceite durante el proceso de extracción y seguimiento a los parámetros de control de los procesos.

El laboratorio de control de calidad y de proceso es un capítulo de gran importancia en las plantas de beneficio, puesto que mediante la información que del mismo se genera es posible calificar su eficiencia operativa. Por tanto, se debe propender por un adecuado desarrollo de sus actividades, disponiendo de los recursos físicos y humanos necesarios.

Las principales funciones del laboratorio de control de calidad y de proceso de la planta de beneficio primario son:

- Evaluar la calidad del fruto, el aceite, las almendras y otros productos obtenidos diariamente, y dar a conocer oportunamente a la dirección de la planta cualquier anomalía observada, para facilitar la aplicación de los correctivos apropiados.
- Evaluar en forma regular las pérdidas de aceite y almendra del proceso, para determinar así la eficiencia de la planta. Esto permite tomar a tiempo las medidas correctivas en caso de que se presenten pérdidas de producto por fuera de los valores establecidos.
- Analizar muestras de agua cruda de calderas y sistemas de tratamiento de efluentes.
- Determinar la composición de los principales flujos del proceso, mediante la realización de análisis rápidos que permitan ejercer acciones de corrección inmediatas.
- Realizar análisis para determinar el potencial de la tasa de extracción de aceite (TEA) en racimos de fruto.

Registros

Los registros iniciales durante los análisis por lo general se realizan en formatos impresos. Sin embargo, dada la disponibilidad actual de equipos de cómputo en los laboratorios, la consolidación y organización de la información generada ha cobrado gran importancia, porque facilita el acceso oportuno a los datos, y su análisis e interpretación mediante el uso de herramientas como hojas de

cálculo o *software* desarrollado especialmente para tal propósito.

Ya sea utilizando medios físicos o electrónicos, el registro de la información debe ser ordenado y claro para evitar que se presenten errores en los cálculos.

Es importante que el sistema de registro utilizado permita tener trazabilidad sobre los datos reportados, con el fin de facilitar el seguimiento a la información generada.

Con frecuencia el laboratorio emite un reporte o informe diario de las variables de calidad y proceso evaluadas, así como del comportamiento acumulado mensual de las mismas. Las actividades de los analistas y el uso de los recursos disponibles en el laboratorio deben ser coordinados, para facilitar la obtención oportuna de la información dirigida a dicho reporte.

Es recomendable que en el laboratorio se empleen gráficos de control de las variables analizadas, en los cuales se establezcan los rangos permitidos en cada parámetro y que estos se alimenten de manera permanente. Con el uso de este tipo de herramientas se facilita el seguimiento y la detección oportuna de fallas en el proceso, al tiempo que se promueve la participación activa de los analistas de laboratorio en el control del proceso de extracción.

Inventario de equipos y reactivos

- La existencia apropiada de aparatos y reactivos garantiza la operación exitosa del laboratorio.
- Los equipos y reactivos deben sacarse del laboratorio solamente de acuerdo con las necesidades inmediatas del laboratorio. Las existencias remanentes deben permanecer almacenadas en un sitio adecuado para este fin, y cada reactivo debe estar acompañado de su respectiva carta de toxicología.
- En las metodologías presentadas en este manual, cada análisis indicará los equipos y reactivos necesarios para su correspondiente realización.
- Los equipos de medición en el laboratorio deben mantenerse debidamente calibrados y acompañarse de su respectiva ficha de calibración.
- Por razones de seguridad y de calidad de los análisis, el material plástico y de vidrio del laboratorio debe mantenerse en buen estado. El uso de recipientes y elementos rotos, con

fisuras y desperfectos, sin marcación, incrustados y desgastados contribuyen a aumentar el error experimental.

Cuidados y limpieza

El laboratorio debe permanecer siempre limpio y ordenado. El equipo que no esté en uso debe limpiarse en forma adecuada, y almacenarse en armarios. Algunos instrumentos son delicados y de precisión, por lo que requieren extremar los cuidados en su manejo y conservación.

Aspectos de seguridad

- Se deben atender todas las normas de higiene y de seguridad existentes.
- El personal de laboratorio debe seguir estrictamente las reglas establecidas en cada caso. Si surge alguna inquietud al respecto se debe consultar al jefe inmediato.
- No se debe almacenar solvente o material inflamable semejante sobre mesas, bancos de trabajo, ni debajo de ellos, donde se usen llamas o planchas de calentamiento.
- Los recipientes de productos químicos cáusticos o corrosivos (ácido sulfúrico o soda cáustica) deben ser vaciados y enjuagados con agua por las personas que los usen, una vez hayan sido desocupados, y tomando las precauciones correspondientes.
- La planta de beneficio debe contar con una metodología acorde con las condiciones particulares y con las disposiciones ambientales vigentes para el tratamiento de residuos químicos en el laboratorio.
- Nunca se debe usar la boca para succionar por medio de pipetas o mangueras, ninguna clase de líquido; se deben utilizar siempre elementos adecuados como micropipetas o una pera universal.
- No deben usarse equipos de vidrio que tengan fisuras o desperfectos en los bordes.
- Los analistas de laboratorio deben conocer la localización y operación de todos los equipos de seguridad contra incendios.
- El orden y la limpieza constituyen parte esencial del trabajo de los analistas de laboratorio, porque la mayoría de los accidentes puede evitarse cuando se mantiene libre de obstáculos el área de trabajo.
- Todo equipo eléctrico de laboratorio debe estar convenientemente conectado a tierra.
- Antes de usar un producto químico se deben

consultar los códigos de riesgos y almacenamiento (Anexo 2).

- El Anexo 2 muestra la clasificación del riesgo según la NFPA (National Fire Protection Association); presenta la escala de valores, que usualmente se gráfica en forma de diamante, para los productos de mayor uso en el laboratorio.
- En el Anexo 2 también se encuentra la clasificación de peligros especiales (Normas R) y algunas precauciones aconsejables (Norma S) para los productos indicados en el mismo.
- Las salpicaduras de productos químicos en la piel o en los ojos deben ser lavadas de inmediato con abundante agua durante un tiempo no menor de 10 minutos. En caso de salpicaduras en la ropa, se recomienda cambiarse si fuera necesario.
- Cuando se estén ejecutando en el laboratorio operaciones con reactivos con índices de toxicidad y reactividad altos, que impliquen peligro, deben usarse en todo momento gafas de seguridad, tapabocas y guantes de protección.

Precauciones contra el fuego

- El peligro de fuego existe en cualquier laboratorio en el que se use éter de petróleo, solventes o vapores metilados. Es importante tomar las precauciones adecuadas.
- Cualquier descuido puede ocasionar una llama sorpresiva que puede herir a las personas o dañar las propiedades.
- Las extracciones en las que se usa éter de petróleo o cualquier otro solvente se deben hacer sobre baño de vapor o sobre planchas de calentamiento eléctrico.
- Todos los tapones usados en los aparatos de destilación y extracción deben ser ajustados apropiadamente, y reemplazados cada vez que sea necesario. Para este propósito se debe mantener una existencia conveniente de tapones de tamaños adecuados, preferiblemente en equipos de vidrio con uniones esmeriladas.
- La destilación de residuos de vapores metilados solamente debe llevarse a cabo usando un calentamiento eléctrico suave, o en un vaso de vidrio para destilación calentado en baño de vapor o plancha de calentamiento eléctrico.
- La cantidad de solventes en el laboratorio nunca debe ser mayor de 5 litros y debe

Tabla 1. Clasificación de riesgos

Producto	Código	Toxicidad Azul	Toxicidad Rojo	Toxicidad Amarillo
Gasolina blanca	Inflamable	2	3	0
Hidróxido de sodio 0.1 N	Corrosivo	1	0	1
Soda cáustica 96%	Corrosivo	3	0	2
Sulfato de aluminio	General	1	0	0
Hipoclorito de calcio	Muy reactivo	2	0	3
Ácido sulfúrico 96%	Corrosivo	3	0	3
Ácido sulfúrico 0.1 N	Corrosivo	1	0	2
Ácido sulfúrico 1:1	Corrosivo	3	0	3
Sulfato de plata	Muy reactivo	2	0	0
Dicromato de potasio	Tóxico	4	0	3
Cloroformo	Tóxico	3	0	1
Amônio de hierro sulfato hidratado	General	1	0	0
Yoduro de potasio	General	2	0	1
Tiosulfato de sodio	General	0	1	1
Timolftaleína	Inflamable	3	3	2
Fenolftaleína	General	1	1	1
Alcohol etílico 95%	Inflamable	3	3	2
Sulfato de magnesio	General	1	0	0
Carbonato de calcio	General	0	0	0
Cloruro de calcio	General	1	0	0
Mangraneso (II) Sulfato -1- hidratado	General	1	0	0
Cloruro de hierro hexahidratado	General	1	0	1
Hidróxido de potasio	Corrosivo	3	0	1
Ácido glutámico	General	0	1	0
Cromato de potasio	Tóxico	4	0	2
Fosfato de potasio monobásico	General	0	0	0
Solución indicadora de ferroína	General	2	0	1
Fosfato de sodio dibásico	General	0	0	0
Tricloetileno	Tóxico	3	1	2
Hexano	Inflamable	2	3	0

mantenerse en recipientes cerrados. No se deben almacenar debajo de una banca o mesón donde se esté llevando a cabo la destilación. Esta precaución debe tenerse en cuenta por si ocurre un incendio y el solvente encendido se derrama, cosa que posibilita que el fuego se propague en el solvente almacenado.

- Las destilaciones con solventes deben realizarse bajo campanas extractoras de vapores.
- Es estrictamente prohibido fumar y almacenar o consumir alimentos y bebidas en el laboratorio.

Elementos de protección

El laboratorio debe contar como mínimo, con los siguientes elementos para la protección de los analistas, quienes los utilizarán de acuerdo con las actividades que vayan a realizar:

- Batas de laboratorio
- Gafas de seguridad
- Careta de polvo o careta de vapores
- Guantes industriales
- Guantes de caucho
- Protectores auditivos
- Capa de caucho
- Botas de cuero

Capítulo 2

Control de calidad en plantas de beneficio (CenML – S2)



Calidad de racimos en plataforma - (CenML – S2-CR)

Alcance

El presente análisis tiene por objeto determinar la proporción de racimos verdes, maduros, sobremaduros, podridos y de pedúnculo largo presentes en el fruto recibido en la tolva de las plantas de beneficio.

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Cenipalma-SENA-SAC. 2006. Guía alterna para el análisis de racimos de palma de aceite.
- Ruiz, Rodrigo. 2000. Desarrollo del racimo y formación de aceite en diferentes épocas del año. *Palmas* 21(1) No. Especial, 53-58.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Pedúnculo:** parte estructural interna del racimo, de la cual se derivan las espigas que sostienen los frutos.
- **Racimo verde:** racimo que no presenta alvéolos vacíos en el momento de evaluarse en tolva; es decir, no se evidencia desprendimiento natural de fruto. En el momento del análisis no se deben forzar los frutos para indagar si se sueltan. No debe existir ningún racimo verde en un viaje que llegue a la planta extractora.
- **Racimo maduro:** el que se encuentra en buenas condiciones para su procesamiento. Los racimos maduros presentan desprendimiento natural de frutos (alvéolos vacíos) en un porcentaje inferior al 50% en su primera capa (externos).
- **Racimo sobremaduro:** aquel del que se ha desprendido más del 50% de los frutos de la primera capa de frutos. La cantidad de racimos sobremaduros encontrados no debe exceder el 10% de la muestra evaluada.
- **Racimo podrido:** aquel del que se ha desprendido en forma natural más del 50% de los frutos de su primera capa, y que adicionalmente presenta ablandamiento del pedúnculo por efecto del envejecimiento del racimo. No debe existir ningún racimo podrido en un viaje que llegue a la planta extractora.

Pedúnculo largo: se refiere a aquellos racimos a los cuales, durante su cosecha, se les realiza el corte en el pedúnculo a una longitud superior a 5 centímetros, medidos a partir del hombro del racimo. También se cuentan como pedúnculos largos los trozos de pedúnculos cortados, que por descuido en la cosecha se cargan junto con el fruto. No deben existir pedúnculos largos en un viaje que llegue a la planta extractora.

Principio

En las plantas de beneficio un contenedor con racimos de fruta fresca descargado en la tolva se inspecciona de la siguiente manera: se ubican al azar 28 racimos y se identifica el grado de madurez de cada uno de ellos (Figura 1). El dato se registra y se calcula la relación porcentual.

Elementos, materiales y equipos

- **Lazo con nudos:** puede ser de una sola pieza o entretejido en forma de estrella.

Procedimiento

La evaluación de la calidad de los racimos en la tolva requiere de la total atención del analista y cierto grado de experticia, debido a que el tiempo disponible para cada análisis es limitado. Es importante tener claros los conceptos y criterios aplicados en la evaluación.

Los criterios recomendados para la clasificación del fruto son los mencionados (arriba) en el aparte correspondiente a términos y definiciones; sin embargo, cabe anotar que los mismos pueden variar dependiendo de las condiciones particulares de cada plantación y de sus criterios de cosecha y transporte de fruto. Debe procederse de la siguiente manera:

1. En el momento de la llegada de cada contenedor con racimos a la tolva de recibo, identificar exactamente el sitio donde se realiza la descarga.
2. Identificar el origen del fruto, tomando en cuenta la codificación utilizada por las plantaciones para la ubicación de los lotes y las parcelas.
3. Si el fruto fue depositado en una tolva, ubicarse dentro de ella, en la parte inferior del contenedor con los racimos. En caso de ser una plataforma, ubicarse en la base del arrume o montón.
4. La ubicación de racimos se inicia al azar, con la ayuda de un lazo con nudos. Hacer lanzamientos en trayectoria de zigzag sobre el

arrume de racimos y evaluar aquellos que se ubiquen bajo los nudos.

5. Iniciar el ascenso, realizando lanzamientos sucesivos. Contar y revisar uno a uno 28 racimos de fruta fresca. Clasificar la calidad de los racimos de acuerdo con el estado de madurez, así: verdes, maduros, sobremaduros, podridos y pedúnculo largo (revisar aparte de términos y definiciones, al comienzo de este capítulo). Registrar en el formato respectivo.
6. Registrar la información general que se considere necesaria para cada uno de los contenedores con racimos (viajes) evaluados: origen, nombre del transportador, fecha y hora del análisis.

Expresión de los resultados

Una vez finalizado el análisis, se determina la cantidad de racimos fuera de norma, como una relación porcentual con respecto al número total de racimos evaluados, para cada uno de los parámetros descritos anteriormente. El porcentaje se calcula como se indica en el siguiente ejemplo para racimos maduros:

$$\% \text{ Racimos maduros} = \frac{\text{Número racimos maduros}}{\text{Número racimos evaluados}} * 100$$

Medidas y elementos de seguridad

- Guantes de carnaza

Calidad del aceite

Contenido de ácidos grasos libres en aceites de palma y de palmiste - (CenML-S2-Cac1)

Alcance

Esta prueba utiliza la metodología para la determinación del porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) contenidos en el aceite crudo de palma y en el aceite de palmiste (Figura 2).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Icontec. 2011. Tercera actualización. Norma técnica colombiana 218. Grasas y aceites

animales y vegetales. Determinación del índice de acidez y de la acidez.

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.*, 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p 2.5, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Acidity, p. 188.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Ácidos grasos libres** (AGL): todos aquellos ácidos grasos que han roto el enlace éster con el glicerol y se encuentran libres en el aceite de palma y en el de palmiste. El contenido de ácidos grasos libres se reporta como porcentaje y expresa el peso (mg) de hidróxido de sodio requerido para neutralizar un gramo de material graso. Para el caso específico de aceite crudo de palma proveniente de materiales *Eleais guineensis* Jacq, este porcentaje corresponde al ácido palmítico, mientras que para el aceite de palmiste se estima sobre el ácido láurico.

Es convencional que el porcentaje de ácidos grasos libres se exprese de acuerdo con el tipo de aceite evaluado, así:

Aceite	Expresado como	Peso molecular
Aceite de palmiste	Ácido láurico	200 g/mol
Aceite de palma	Ácido palmítico	256 g/mol

Principio

Se disuelve la muestra en etanol neutralizado, se calienta y se titula con solución acuosa de hidróxido de sodio.

Reactivos

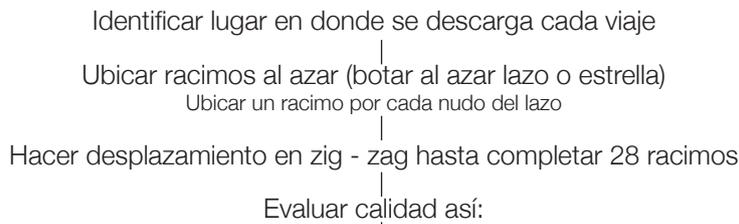
- Hidróxido de sodio estandarizado, 0.1 N.
- Etanol neutralizado al 95%.
- Solución de indicador de fenolftaleína al 1% en etanol al 95%.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Erlenmeyer, de 250 ml.
- Bureta de 25 ml.

Calidad de Racimos en plataforma

Determinación de racimos verdes, maduros, sobremaduros y podridos



<p>VERDE 0 alvéolos vacíos</p>  <p>Referencia: 0% racimos verdes en tolva</p>	<p>MADURO Desde 3 frutos sueltos hasta el 50% de frutos externos desprendidos naturalmente</p>  <p>Referencia: mínimo 90% de racimos maduros en tolva</p>	<p>SOBREMADURO más del 50% de frutos externos desprendidos naturalmente. Deshidratación parcial del pedúnculo</p>  <p>Referencia: máximo 10% de racimos sobremaduros en tolva</p>
--	--	--

<p>PODRIDO Mas del 50% de frutos externos desprendidos. Deshidratación total y ablandamiento del pedúnculo. Olor fétido, evidencia de descomposición</p>  <p>Referencia: 0% racimos podridos en tolva</p>	<p>PEDÚNCULO LARGO Longitud pedúnculo > 5 cm</p>  <p>Referencia: 0% racimos con pedúnculo largo en tolva</p>
---	--

- Registrar número de racimos por cada tipo identificado
 - Identificar y registrar datos generales del fruto: origen, ubicación, etc.
- calcular porcentajes para cada criterio de calidad (*) como:

$$\% \text{ Racimos maduros} (*) = \frac{\text{Número racimos maduros} (*)}{\text{Número racimos totales evaluados}} * 100$$

Figura 1. Diagrama de flujo para análisis de calidad de racimos en plataforma.

- Recipientes de vidrio para muestra.
- Agitadores magnéticos.
- Plancha de calentamiento con agitación o estufa eléctrica.
- Frascos cuentagotas.
- Probeta de 100 ml.

Muestreo

El muestreo de aceite para análisis de calidad debe realizarse con frecuencia de una hora en la salida del proceso hacia almacenamiento, tomando muestras de aproximadamente 250 ml. La evaluación en otros puntos y momentos (tanques de almacenamiento y vehículos de despacho), depende de las disposiciones internas de las plantas de beneficio.

La muestra debe ser almacenada en un recipiente apropiado, limpio, seco y con tapa con el fin de evitar contaminaciones y variaciones de humedad.

El análisis de calidad de aceites crudo de palma y de palmiste consta de la determinación del contenido de ácidos grasos libres, contenido de humedad y materia volátil e impurezas insolubles. La determinación del índice de peróxidos no es común en las plantas de beneficio; sin embargo, es un parámetro contemplado por sus clientes.

Para prevenir pérdida de humedad y evitar el riesgo de oxidación, las determinaciones de parámetros de calidad se deben llevar a cabo en el siguiente orden:

- Contenido de humedad.
- Índice de peróxidos.
- Impurezas.
- Contenido de ácidos grasos libres (AGL).

Procedimiento

1. Fijarse que la muestra esté bien mezclada y totalmente líquida antes de ser pesada.
2. Tarar un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco en la balanza analítica.
3. Colocar en el erlenmeyer de $5 \pm 0,5$ g de aceite.
4. Medir en una probeta 50 ml de etanol al 95% (v/v) previamente neutralizado. Agregar al aceite pesado.
5. Calentar hasta 40–50 °C, usando una plancha de calentamiento o haciendo uso de la estufa eléctrica.
6. Agregar cinco gotas de fenolftaleína (1%) e introducir un agitador magnético en el erlenmeyer.
7. Titular gota a gota con hidróxido de sodio

0.1 N estandarizado y agitación suave, hasta lograr un ligero y definido cambio de color en el indicador. Este color debe permanecer por 30 segundos. Durante la titulación se puede mantener un calentamiento moderado (máximo 50 °C)

Expresión de los resultados

El porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el aceite de palma se calcula como:

$$\% \text{ AGL} = \frac{25,6 * V * N}{W}$$

Donde:

V = Volumen de solución de hidróxido de sodio, expresado en ml

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio

W = Peso de la muestra de aceite de palma, expresada en gramos

El porcentaje de ácidos grasos libres (AGL) en el aceite de palmiste se calcula como:

$$\% \text{ AGL} = \frac{20 * V * N}{W}$$

Donde:

V = Volumen de solución de hidróxido de sodio, expresado en ml.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

W = Peso de la muestra de aceite de palmiste expresada en gramos.

Ejemplo:

Determinación de AGL en aceite de palma

V = 6.10 ml; N = 0.10; W = 5.1312 g

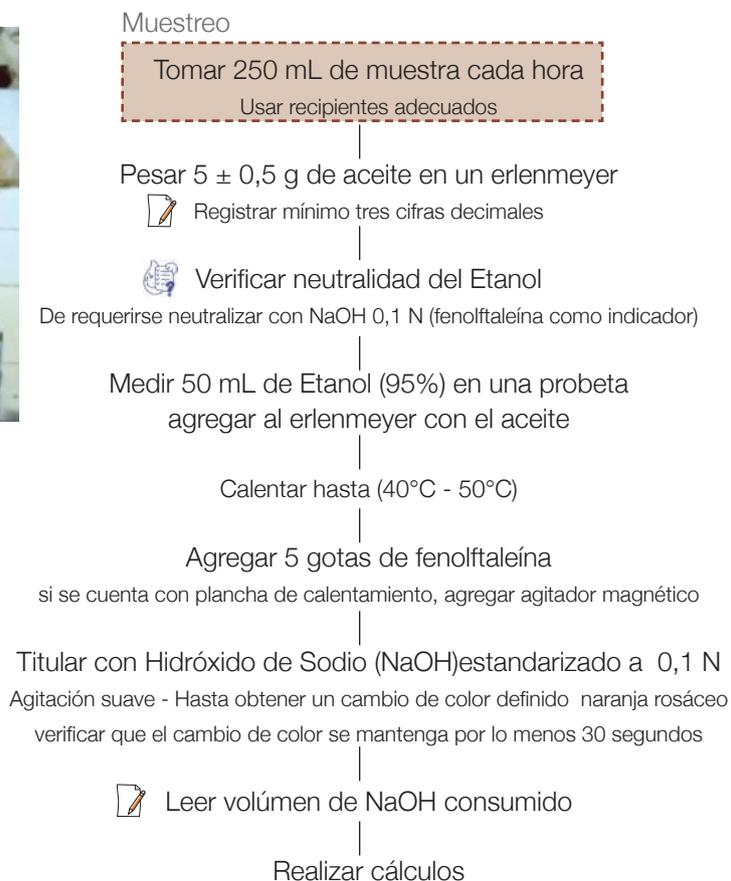
$$\% \text{ AGL} = \frac{25,6 * 6,10 * 0,10}{5,1312} = 3,04$$

Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones de la misma muestra llevada a cabo en sucesión rápida por un mismo analista, no debe exceder 0,02% de acidez para contenidos de AGL entre 1,5 y 5% y de 0,004% de acidez para contenidos de AGL menores de 1%.

Contenido Ácidos Grasos Libres (AGL)

Calidad del aceite producido



Ejemplo: Contenido AGL aceite de Palma y aceite de Palmiste

Datos	Aceite Palma	Aceite Palmiste
peso muestra (g)	5,132	5,233
Vol NaOH (mL)	5,6	5,1
N (NaOH)	0,1	0,1

$$\% \text{ AGL (aceite Palma)} = \frac{25,6 * V * N}{W} = \frac{25,6 * 5,6 * 0,1}{5,132} = 2,79$$

$$\% \text{ AGL (aceite Palmiste)} = \frac{20 * V * N}{W} = \frac{20 * 5,1 * 0,1}{5,233} = 1,95$$

Figura 2. Diagrama de flujo para contenido de AGL en aceites de palma y de palmiste.

Humedad y materia volátil

(GenML-S2-Cac2)

Alcance

Esta prueba emplea la metodología para la determinación del contenido de humedad y materia volátil en los aceites crudo de palma y de palmiste (Figura 3).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 287. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. Abril.
- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.1, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Moisture and Volatil Matter, Part 1: Method Using a Drying Oven. p. 156.

Términos y definiciones

Para los propósitos de la presente metodología se aplica la siguiente definición:

- **Contenido de humedad y materia volátil:** pérdida en masa de un producto mediante calentamiento a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Es reportada como una relación porcentual entre la masa que se pierde hasta que se logra la estabilización con respecto a la masa inicial de la muestra.

Principio

Se calienta una porción de ensayo a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta que la humedad y la materia volátil se eliminan completamente (estabilidad de su peso). Se enfría y se determina su pérdida de peso.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Horno eléctrico regulado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, con termómetro adaptado.
- Cápsula de porcelana.
- Desecador con sílica gel.
- Pinzas metálicas para cápsula o crisol.

Muestreo

El muestreo de aceite para análisis de calidad debe realizarse con frecuencia de una hora en la salida del proceso hacia almacenamiento, tomando muestras de aproximadamente 250 ml. La evaluación en otros puntos y momentos (tanques de almacenamiento y vehículos de despacho) depende de las disposiciones internas de las plantas extractoras.

La muestra debe ser almacenada en un recipiente apropiado, limpio, seco y con tapa, con el fin de evitar contaminaciones y variaciones de humedad.

El análisis de calidad de aceite crudo de palma y de aceite de palmiste consta de la determinación del contenido de ácidos grasos libres, contenido de humedad y materia volátil e impurezas insolubles.

Procedimiento

La determinación de la humedad y material volátil debe ser el primer ensayo que se le realice a la muestra. El procedimiento se describe a continuación:

1. Para las muestras acumuladas que ya han sufrido algún tipo de solidificación, se recomienda ablandarlas mediante un calentamiento suave a $55\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, cuidando de no dejar derretir completamente y homogeneizando antes de tomar la porción para el ensayo.
2. Secar una cápsula de porcelana limpia en el horno a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, durante aproximadamente 15 minutos.
3. Transcurrido este tiempo, sacar la cápsula del horno con ayuda de las pinzas y dejarla enfriar en el desecador durante 30-45 minutos. Es importante que la cápsula se enfríe completamente hasta la temperatura de la balanza, ya que una pequeña desviación de esta temperatura puede afectar la precisión y la exactitud del peso. Los platos de vidrio toman un tiempo apreciable en enfriarse, especialmente si en el desecador se coloca un gran número de ellos a la vez.
4. Pesar la cápsula con aproximación al miligramo (0,1 mg); registrar este valor en el formato respectivo.
5. Agregar aproximadamente 10 g de aceite a la cápsula con la mayor exactitud posible; registrar este valor en el formato respectivo.
6. Introducir la cápsula con la muestra en el horno a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por dos horas aproximadamente, hasta obtener un peso estable de la

muestra. La operación del horno de calentamiento debe ser revisada en forma periódica. Esto se hace usando un termómetro colocado en una cápsula llena con la misma cantidad de aceite y ubicado al mismo nivel en el horno mientras la prueba está siendo ejecutada.

7. Sacar la cápsula y dejarla enfriar en el desecador, entre 30-45 minutos.
8. Transcurrido este tiempo, volver a pesar con aproximación al miligramo y registrar el valor en el formato respectivo.

Expresión de los resultados

La humedad y el material volátil se expresan como porcentaje en peso usando la siguiente ecuación:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{Wb - Wd}{Wb - W} * 100$$

Donde:

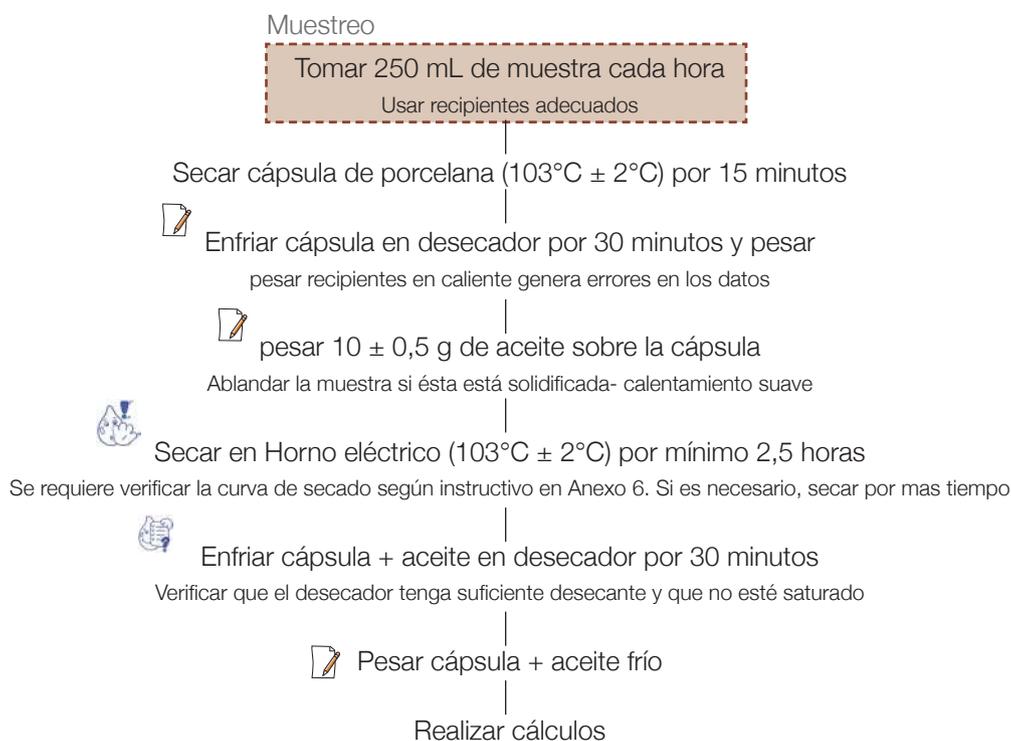
W = Peso de la cápsula.

Wb = Peso de la cápsula con aceite.

Wd = Peso de la cápsula con aceite después de secado.

Humedad y Materia Volátil

Calidad del aceite producido



Ejemplo: Humedad de aceite de palma

Datos	Aceite Palma
Peso cáp (g)	50,135
Peso Mhúmeda (g)	10,058
Peso cáp + Mseca (g)	60,177

$$\% \text{ Humedad} = \frac{MHúmeda - [(cáp + MSeca) - cáp]}{MHúmeda} * 100 = \frac{10,058 - [60,177 - 50,135]}{10,058} * 100 = 0,16\%$$

Figura 3. Diagrama de flujo para humedad y materia volátil en aceite crudo.

Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones hechas simultáneamente o en rápida sucesión por el mismo analista no debe exceder de 0,003% para un contenido de humedad y materia volátil de entre 0,04 y 0,30%.

Medidas y elementos de seguridad

- Guantes de algodón

Humedad con desecador halógeno o desecador infrarrojo (análisis opcional) (CenML – S2-Cac3)

Alcance

Esta prueba describe la metodología para la determinación del contenido de humedad y materia volátil en el aceite crudo de palma y en el de pal-

miste, usando equipos tipo halógeno y/o infrarrojo (Figura 4).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma (1999). Además, se consultó:

- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 287. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. Abril.

Términos y definiciones

Para los propósitos de la presente metodología se aplican la siguiente definición:

- **Contenido de humedad y materia volátil:** pérdida en masa de un producto mediante calentamiento a $103\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Es reportada

Humedad y Materia Volátil

Calidad del aceite producido



Muestreo

Tomar 250 mL de muestra cada hora
Usar recipientes adecuados

Verificar la calibración del equipo (infrarrojo y/o halógeno)

 $(103\text{ °C} \pm 2\text{ °C})$

colocar platillo limpio y seco en el equipo. Tarar

Agregar $10 \pm 0,5$ g de aceite

Iniciar secado. Dejar finalizar el proceso

 Registrar datos

El equipo arroja el resultado como porcentaje de Humedad

Figura 4. Diagrama de flujo para contenido de humedad y materia volátil utilizando desecador halógeno o infrarrojo.

como una relación porcentual entre la masa que se pierde hasta lograr la estabilización con respecto a la masa inicial de la muestra.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con desecador infrarrojo o desecador halógeno para medición de humedad.
- Platos metálicos de fondo plano.
- Pinzas para cápsula.
- Guantes.

Procedimiento

1. El equipo normalmente debe estar calibrado a una temperatura entre 105-115 °C y un tiempo de secado de 10 a 15 minutos. Se deben seguir las instrucciones del fabricante para el ajuste de los valores.
2. La muestra se debe ablandar mediante un calentamiento suave a 55 ± 5 °C, no dejando derretir completamente y se debe homogeneizar antes de tomar la porción para el ensayo.
3. Colocar un platillo metálico seco en la balanza analítica.
4. Tarar el equipo, de forma que la pantalla muestre peso = 0 g
5. Agregar aproximadamente 10 g de aceite en el platillo.
6. Oprimir el botón de inicio. Transcurrido el tiempo programado el equipo mostrará el valor de la humedad y materia volátil.
7. Con una buena calibración de tiempos y temperaturas, el equipo no debe mostrar diferencias superiores a 0,01 g con respecto al método tradicional. Se recomienda realizar con regularidad comparaciones con el método estándar, para verificar los resultados generados por el desecador infrarrojo o en el tipo halógeno.

Expresión de los resultados

Los equipos mencionados están adaptados para el reporte de la humedad como porcentaje con respecto al peso inicial de la muestra.

Impurezas insolubles

(CenML- S2-Cac4)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de impurezas insolubles en el aceite crudo de palma y el aceite de palmiste (Figura 5).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 240. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de impurezas insolubles. Abril.
- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.1, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Impurities. p.167.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta norma se aplica la siguiente definición:

- **Impurezas insolubles:** cantidad de suciedad y materias extrañas insolubles en n-hexano o en éter de petróleo, bajo las condiciones especificadas en este método.

Principio

Una porción de ensayo se trata con n-hexano o éter de petróleo y luego se filtra la solución obtenida; se lavan el filtro y el residuo con el mismo solvente, se seca a 103 °C y se pesa.

Reactivos

- Éter de petróleo (60/80 °C) o n-hexano.

Elementos, materiales y equipos

- Crisol Gooch de porcelana de diámetro de base interna de 20 mm.
- Membrana de celulosa o fibra de vidrio.
- Juntas de goma.
- Horno eléctrico con capacidad para mantener una temperatura de $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.
- Trompa de vacío por agua con manguera.
- Matraz para vacío fondo plano de 250 ml con derivación (Kitasato).
- Desecador que contenga suficiente desecante.

Muestreo

El muestreo de aceite para análisis de calidad debe realizarse con frecuencia de una hora en la salida del proceso hacia almacenamiento, tomando muestras de aproximadamente 250 ml. La

Impurezas Insolubles

Calidad del aceite producido



Muestreo

Tomar 250 mL de muestra cada hora
Usar recipientes adecuados

Homogenizar completamente la muestra

Si la muestra se está solidificando, ablandar con un calentamiento suave sin dejar fundir completamente

colocar el papel de filtro (membrana) en el crisol Gooch. Lavar con 10 mL de solvente

Secar en horno eléctrico a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ durante 30 minutos

Dejar enfriar en desecador por 30 minutos

Pesar el papel de filtro (membrana) en la balanza analítica con la ayuda de una caja petri

Pesar $20 \pm 0,5$ g de aceite en un beaker de 250 mL limpio y seco

Agregar 100 mL de solvente - homogenizar

Montar el equipo de vacío y acoplar el crisol Gooch con ayuda de las juntas de goma

Hacer pasar la mezcla a través de la membrana con la ayuda del sistema de vacío

lavar la membrana con varias porciones de 10 mL de solvente
se hacen lavados hasta remover la totalidad del aceite

suspender el vacío - remover cuidadosamente el crisol

Secar en horno eléctrico a $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ por 1 hora con la ayuda de una caja petri

Dejar enfriar en desecador por 30 minutos

Pesar la membrana (con impurezas) en la balanza analítica

Realizar cálculos

Ejemplo: Impurezas insolubles de aceite de palma

Datos	Aceite Palma
Peso inicial membrana (g)	0,1300
Peso muestra aceite (g)	20,0540
Peso final membrana (g)	0,1348

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{(\text{Peso final membrana}) - (\text{Peso inicial membrana})}{\text{Peso muestra aceite}} * 100 = \frac{0,1348 - 0,1300}{20,054} * 100 = 0,24\%$$

Figura 5. Diagrama de flujo para impurezas insolubles en el aceite crudo.

evaluación en otros puntos y momentos (tanques de almacenamiento y vehículos de despacho) depende de las disposiciones internas de las plantas de beneficio.

La muestra debe ser almacenada en un recipiente apropiado, limpio, seco y con tapa con el fin de evitar contaminaciones y variaciones de humedad.

El análisis de calidad de aceites crudo de palma y de palmiste consta de la determinación del contenido de ácidos grasos libres, contenido de humedad y materia volátil e impurezas insolubles.

Procedimiento

1. La muestra se debe mezclar completamente. Sí es necesario, ablandar mediante un calentamiento suave (no fundir completamente) y homogeneizar. Cuando se derrite la muestra por completo, pueden acumularse impurezas en el fondo del recipiente, lo cual dificulta la homogenización.
2. Colocar un papel de filtro en celulosa o de fibra de vidrio en el crisol Gooch.
3. Lavar con aproximadamente 10 ml de solvente, utilizar una caja de Petri para secar a 103 °C ± 2 °C por 30 minutos, enfriar en desecador y pesar con aproximación al miligramo. Registrar este valor en el formato respectivo.
4. Pesar aproximadamente 20 g de aceite con precisión al miligramo en un vaso de precipitados de 250 ml totalmente limpio y seco.
5. Agregar 100 ml del solvente, calentar y agitar hasta lograr la fusión y homogeneización completa.
6. Dejar cerca de 5 minutos hasta que la materia insoluble se haya precipitado.
7. Simultáneamente, montar el equipo de vacío y acoplar el crisol Gooch con ayuda de las juntas de goma.
8. Aplicar un vacío suave abriendo el paso de agua en la llave (cerca de 300 mm Hg).
9. Usar solvente fresco para transferir el total de aceite y materia insoluble en el crisol Gooch y lavar con varias porciones de 10 ml de solvente hasta remover la totalidad del aceite.
10. Suspender el vacío con precaución, remover el crisol y limpiarlo por fuera con un papel limpio.
11. Usar una caja de Petri para secar la membrana en el horno a 103 °C ± 2 °C hasta obtener peso constante (aproximadamente 1 hora) y dejarlo enfriar en desecador hasta temperatura ambiente (unos 20 minutos).

12. Pesar con aproximación al miligramo y registrar este valor en el formato respectivo.

Expresión de los resultados

Las impurezas insolubles se expresan como porcentaje en peso así:

$$\% \text{ impurezas} = \frac{\text{Peso final membrana} - \text{Peso inicial membrana}}{\text{Peso muestras de a ceite}} * 100$$

Repetibilidad

La diferencia entre los resultados de dos determinaciones hechas en rápida sucesión por el mismo analista, no debe exceder de 0,003% en el valor reportado para impurezas insolubles entre 0,002 y 0,150%.

Medidas y elementos de seguridad

- Guantes de nitrilo.
- Máscara para vapores de solventes orgánicos.
- Cabina de extracción de gases

Índice de peróxidos (CenML – S2-Cac5)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para determinar el índice de peróxidos en aceites de palma y de palmiste.

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Icontec. 1998. Norma técnica colombiana 236. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de peróxidos. Agosto.
- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.3, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Peroxide Value. p.172.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta norma se aplica la siguiente definición:

- **Índice de peróxidos:** el valor del peróxido es una medida de las sustancias que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones de

esta prueba, expresadas en términos de miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo.

Principio

La muestra se trata con una solución de ácido acético y cloroformo, además de una solución de yoduro de potasio. La oxidación reduce el yoduro a yodo, el cual se titula con tiosulfato de sodio en solución.

Reactivos

- Solución de ácido acético-cloroformo 3:2 v/v o ácido acético-iso-octano 3:2 v/v.
- Solución de yoduro de potasio saturada: se disuelve un exceso de KI en agua destilada, verificando la sobre-saturación con la presencia de cristales.
- Tiosulfato de sodio 0.01N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), valorado.
- Agua destilada.
- Solución de almidón al 1% recién preparada. Se pesa 1 g de almidón soluble y se disuelve en una pequeña cantidad de agua destilada fría. Se adiciona a 100 ml de agua en ebullición.

Elementos, materiales y equipos

- Cronómetro.
- Balón aforado de 1L.
- Bureta de 50 mL.
- Beaker de 50 mL.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Probeta de 50 ml y 100 ml.
- Pipeta Pasteur.
- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Pipeta aforada de 0,5 ml.
- Probeta.
- Horno eléctrico.

Procedimiento

1. Antes de empezar el procedimiento, en un beaker de 50 ml añadir esta cantidad de agua desionizada y ponerla a calentar en la estufa.
2. Valorar la solución de Tiosulfato de sodio 0.01N, pesando 0,016-0,022 g de dicromato, disolver en agua destilada, adicionar 5 ml de HCl concentrado y 20 ml de KI, agitar y conservar en la oscuridad por espacio de cinco minutos y adicionar 100 ml de agua destilada.
3. Titular inmediatamente con solución de tiosulfato de sodio hasta que la solución tome un color amarillo; luego adicionar 1 ml de solución indicadora de almidón y continuar la titulación

con la solución de tiosulfato de sodio hasta la aparición de un color verde cristalino.

4. En un erlenmeyer pesar con precisión al miligramo 5 g de aceite de palma y registrar este valor. Si el aceite está frío, agitarlo vigorosamente y extraer la muestra, pero no calentarla porque que se obtienen resultados erróneos.
5. En una probeta de capacidad de 100 ml, medir 30 ml de la solución de ácido acético y cloroformo, teniendo la precaución de usar guantes y tapabocas y dar la mayor ventilación posible al laboratorio. Depositar los 30 ml de la solución en el erlenmeyer con el aceite.
6. Agitar el erlenmeyer hasta que la muestra se haya disuelto completamente en la solución.
7. Inmediatamente se ha cumplido el paso anterior, en un beaker de 50 ml agregar alrededor de 5 ml de agua desionizada y 8 g (1½ cucharada) de yoduro de potasio. Con esta cantidad de yoduro, normalmente algunos cristales no se disuelven en el agua, lo cual se comprueba observando detenidamente el beaker. Este punto es el óptimo de preparación. Si todos los cristales se disuelven, agregar otros 2 g de yoduro de potasio y agitar hasta lograr el punto óptimo de preparación (cristales sin disolver).
8. Con la ayuda de una pipeta graduada, medir 0,5 ml de la solución de yoduro de potasio preparada en el punto anterior y depositarla en el erlenmeyer que contiene la muestra de aceite. Desechar el resto de solución de yoduro de potasio.
9. Agitar el erlenmeyer durante un minuto.
10. Medir 30 ml de agua desionizada en una probeta de 100 ml de capacidad y agregarlos al erlenmeyer apenas haya pasado el minuto de agitación, y agitar nuevamente otro minuto.
11. Con la ayuda de unas pinzas sacar el beaker que contiene 50 ml de agua, el cual está calentándose desde el paso 1. En este momento el agua desionizada debe estar en ebullición y se debe retirar de la estufa.
12. Pesar aproximadamente 4 g (una cucharada) de almidón-reactivo analítico, agregarlos al beaker con agua caliente y agitar de inmediato con la misma cuchara hasta disolver completamente. Es posible que se presenten algunos grumos, lo que es normal.
13. Medir 1 ml de la solución de almidón en agua caliente recién preparada y agregarlos al

erlenmeyer con la muestra. Desechar el resto de la solución de almidón recién preparada.

14. Llenar una bureta de 50 ml de capacidad con tiosulfato de sodio 0.01 N.
15. Si en el momento de agregar la solución de almidón la muestra adquiere un color negro, es señal de presencia de peróxidos. Si este color no se presenta, el análisis queda terminado en este punto porque no hay peróxidos.
16. Si hay presencia de peróxidos, titular gota a gota con el tiosulfato de sodio 0.01 N agitando vigorosamente, hasta que el color negro de la muestra desaparezca dando lugar al color amarillo inicial de la muestra.
17. Debe hacerse una valoración en blanco. En esta valoración no debe utilizarse más de 0,1 ml de solución de tiosulfato de sodio 0.01 N.
18. La valoración en blanco consiste en repetir simultáneamente este mismo procedimiento sin utilizar aceite de palma. Esto es importante si se tiene duda sobre el grado de confiabilidad de los reactivos.

Expresión de resultados

Para el cálculo del índice de peróxidos se aplica la siguiente ecuación:

$$I = \frac{V * N * 1.000}{W}$$

Donde:

I = Índice de peróxidos

V = Volumen gastado de tiosulfato de sodio 0.01 N

N = Normalidad del tiosulfato de sodio 0.01 N

W = Peso de la muestra de aceite

Preparación de reactivos

- **Ácido acético en cloroformo.** Usando tapabocas y gafas de protección, y la mejor ventilación posible, medir 150 ml de ácido acético y depositarlos en un balón aforado de 250 ml; después agregar cloroformo hasta la marca del aforo. Esta preparación alcanza para 10 análisis, tras los cuales debe volver a prepararse.

Medidas y elementos de seguridad

- Guantes de nitrilo.
- Máscara para vapores de solventes orgánicos.
- Cabina de extracción de gases.

Índice de deterioro a la blanqueabilidad (DOBI)

(CenML – S2-Cac6)

Alcance

La prueba especifica la metodología para la determinación del índice de deterioro a la blanqueabilidad (DOBI) del aceite de palma crudo (Figura 6).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en:

- Icontec. 2011. Norma técnica colombiana 5835. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de deterioro de blanqueabilidad (DOBI).
- Icontec. 2002. NTC 5033. Grasas y aceites animales y vegetales. Preparación de la muestra para ensayo. (ISO 661).

Términos y definiciones

Para los propósitos de este método se aplican las siguientes definiciones:

- **Deterioro a la blanqueabilidad:** el índice de deterioro a la blanqueabilidad (DOBI), es una medida de la calidad del aceite crudo de palma que será sometido al proceso de blanqueo y refinación. Este parámetro mide la relación entre la absorbancia de la muestra de ensayo a 446 nm y a 269 nm. El DOBI se expresa hasta con una cifra decimal, adimensional.

Principio

Se mide espectrofotométricamente la absorbancia de una muestra en solución en un rango específico de longitud de onda ultravioleta y visible. La relación entre la absorbancia a 446 nm y a 269 nm mide el DOBI. El ensayo es una medición de la facilidad para refinar el aceite de palma crudo.

Reactivos

- n-hexano, isooctano (2,2,4-trimetilpentano) o ciclohexano, que tengan una absorbancia inferior a 0,12 en 230 nm e inferior a 0,05 en 250 nm en comparación con agua destilada, medida en una celda de cuarzo con una longitud de 10 mm.

Elementos, materiales y equipos

- Espectrofotómetro UV/VIS disponible para ser usado a 269 nm y 446 nm.

Antes del uso se recomienda que las escalas de longitud de onda y absorbancia del espectrofotómetro se verifiquen de la siguiente manera:

Escala de longitud de onda: esta escala se puede verificar utilizando una bombilla de mercurio, de acuerdo con las instrucciones del fabricante del instrumento. Como alternativa, se puede utilizar una placa de vidrio de holmio que muestre picos pronunciados de absorción en 279,37 nm y 287,5 nm. Estos elementos se pueden adquirir con el fabricante del instrumento.

Escala de absorbancia: prepare una solución de 200 mg/l de cromato de potasio con grado analítico en una solución de hidróxido de potasio de 0,05 mol/l. Transfiera 25 ml de esta solución a un matraz volumétrico de 500 ml y diluya hasta la marca con solución de hidróxido de potasio de 0,05 mol/l adicional. La absorbancia de esta solución, medida en una celda con una longitud de 10 mm en 275 nm en comparación con la solución de hidróxido de potasio de 0,05 mol/l, debería ser de $0,200 \pm 0,005$.

- Celdas de cuarzo: con una longitud de 10 mm, adecuadas para mediciones en longitudes de onda ultravioleta.
- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Balón aforado de 10 ml.
- Horno eléctrico de secado, al cual se le pueda regular la temperatura
- Embudo filtro caliente

Nota: el material de vidrio utilizado para la determinación se debe limpiar y enjuagar con el solvente (descrito en los reactivos) antes del uso, de modo que esté libre de impurezas que tengan una absorbancia en el rango de longitud de onda entre 220 nm y 500 nm.

Preparación de la muestra de ensayo

- Se recomienda llevar al laboratorio una muestra representativa: Dicha muestra no debe estar deteriorada ni haber sufrido cambios durante el transporte o el almacenamiento.

Procedimiento

1. La muestra de ensayo debe estar completamente homogénea. Para esto se debe someter a un calentamiento suave hasta llegar a una temperatura máxima de 50 °C.
2. En el balón aforado de 10 ml pese 0,04 g de la muestra de ensayo con una aproximación de 1 mg, suficiente para obtener valores de absorbancia en el rango lineal entre 0,2 y 0,8.
3. Disuelva la muestra de ensayo en unos pocos mililitros de solvente a temperatura ambiente y después complete hasta la marca con el mismo solvente. Mezcle completamente.
4. Enjuague una celda de cuarzo tres veces con la solución de ensayo (véase el numeral anterior). Llene la celda con la solución de ensayo y mida la absorbancia frente al solvente utilizado para la dilución, en el espectrofotómetro a longitudes de onda de 446 nm y 269 nm.
5. Si el valor de absorbancia en cualquiera de las dos longitudes de onda es superior a 0,8, diluya la solución de ensayo según corresponda y repita la determinación en las dos longitudes de onda (446 nm y 269 nm).

Expresión de resultados

El DOBI es estimado como:

$$DOBI = \frac{\text{Absorbancia a 446 nm}}{\text{Absorbancia a 269 nm}}$$

Nota: Con la absorbancia a 446 nm se miden principalmente los carotenos, mientras que con absorbancia a 269 se miden principalmente productos de oxidación secundarios. Expresar los resultados con una cifra decimal.

DOBI

Calidad del aceite producido



Preparación de la muestra de ensayo

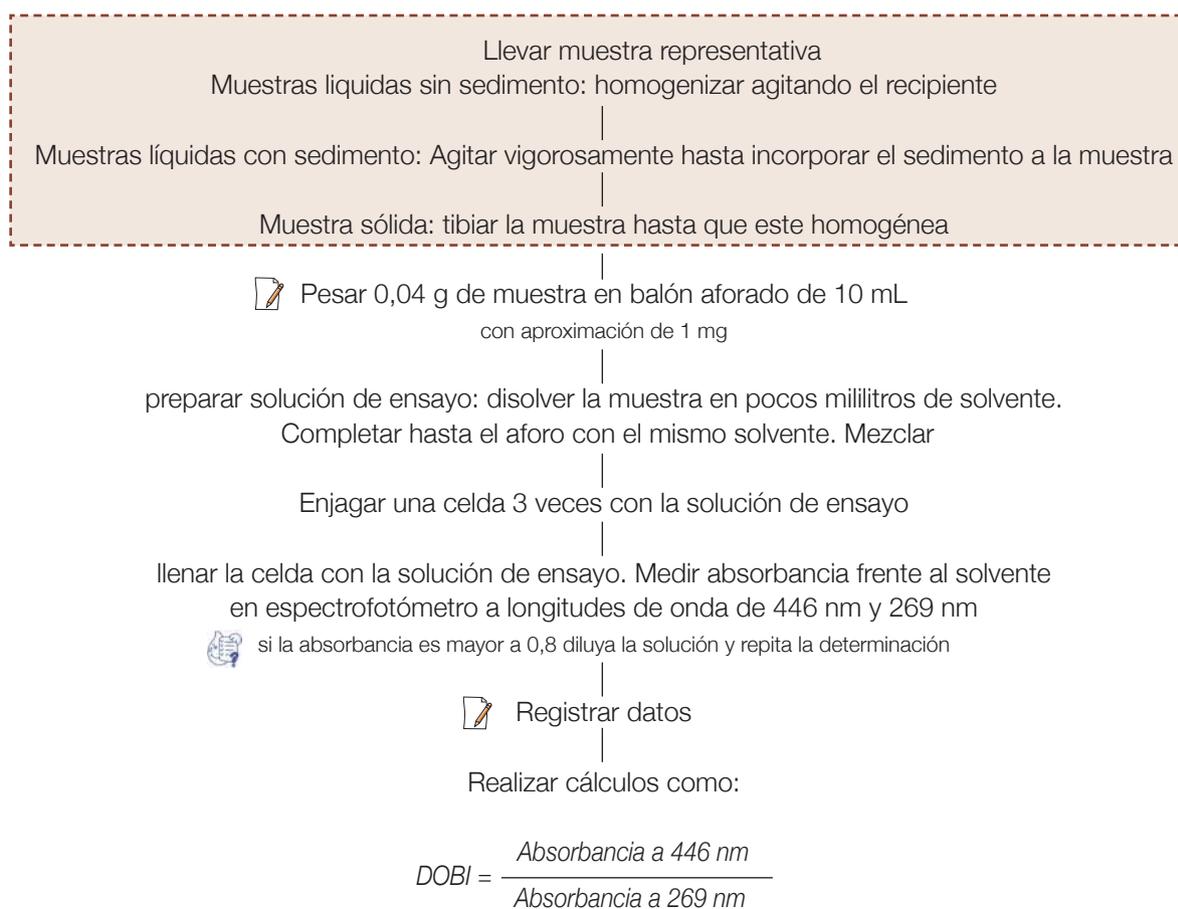


Figura 6. Diagrama de flujo para determinación de DOBI.

Calidad de la almendra

Muestreo de almendra para análisis de calidad (CenML – S2-Cal1)

Objetivo

Esta norma describe las condiciones generales relacionadas con el muestreo para la evaluación de calidad en granos y cereales (almendra de palma) a granel o en sacos.

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultó:

- Icontec. 2001. Norma técnica colombiana NTC 271. Cereales, leguminosas secas y sus productos molidos; muestreo de lotes estáticos. Octubre 31.

Términos y definiciones

Para los efectos de esta norma se aplican las siguientes definiciones:

- **Envío:** cantidad de grano en oferta despachado o recibido a la vez y cubierto por un contrato particular o un documento de embarque.
- **Lote:** cantidad establecida del envío, que se va a evaluar.
- **Incrementos:** cantidad pequeña del grano tomada en igual proporción de cada punto de muestreo individual del lote, cubriendo la profundidad total del mismo.
- **Cargado:** término para describir la condición de carga en la que se encuentra un vehículo que puede estar total o parcialmente cargado.
- **Muestra a granel:** cantidad de grano que se obtiene por combinación y mezcla de los incrementos tomados de un lote específico.
- **Muestra de laboratorio:** cantidad de grano que se toma de la muestra a granel y es destinada para análisis o evaluación.

Fundamentos generales

Esta norma aplica al muestreo mecánico de producto a granel estático de hasta 3 metros de profundidad. Para producto a granel estático que exceda los 3 metros de profundidad hasta una altura máxima de 12 metros es necesario usar métodos de muestreo mecánicos. Para el granel que

exceda los 12 metros de profundidad es necesario muestrear el grano cuando está en movimiento.

Es de relevancia tener cuidado especial para asegurar que todos los aparatos de muestreo estén limpios, secos y libres de olores extraños.

El muestreo debe ser realizado de forma tal que se protejan de la contaminación (lluvia, polvo, etc.), las muestras, los instrumentos de muestreo y los recipientes en los que se colectan las muestras.

Elementos, materiales y equipos

Todos los instrumentos que se usen deben ser apropiados para el producto que se está muestreando. En lo posible, el tipo de instrumentos y los procedimientos utilizados se deben determinar por acuerdo entre las partes involucradas.

- Para muestreo a granel: se usan aparatos apropiados para obtener incrementos de producto a granel estático (por ejemplo: palas de mano, aparatos mecánicos, etc.).
- **Para muestreo de sacos:** se usan arpones o probadores tipo saco.
- **Para mezcla y división:** se usan palas y aparatos de división o aparatos automáticos de división aleatoria.

Procedimiento para toma de muestras en sacos

Los incrementos deben tomarse en diferentes partes del saco (por ejemplo, de arriba, la mitad y abajo) por medio de un probador para saco y de número de sacos que se especifica en la Tabla 2.

La Tabla 2 muestra el número de sacos que deben muestrearse de acuerdo con el número total de sacos presentes en el lote.

Tabla 2. Número de sacos para ser muestreados

Número de sacos	
En envío	Los que serán muestreados
Hasta 10	Cada saco
10 a 100	10 tomados al azar
Más de 100	La raíz cuadrada (aproximadamente) del número total, tomada de acuerdo con un sistema de muestreo apropiado

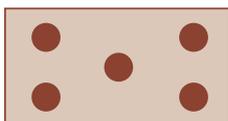
* Fuente: Norma Técnica Colombiana NTC 271. Página 3

En el caso de muestrear más de 100 sacos, el envío debe dividirse en $(n-1)$ grupos que contienen n ó $(n-1)$ sacos; los sacos sobrantes constituyen un grupo. Por ejemplo, para un envío que contiene 200 sacos: la raíz cuadrada de $200 = 14,142$; por tanto, $n = 14$. Entonces se apartan 14 grupos de 14 sacos (es decir, un total de 196 sacos). Se realiza una lista de 1 a 14, se selecciona un número (por ejemplo el 7). Se muestrea el séptimo saco de cada grupo de 14 sacos. El grupo sobrante (es decir, el de 4) es más pequeño que 14 sacos, entonces se muestrea un saco de este grupo tomado al azar; por tanto, se selecciona un total de 15 sacos.

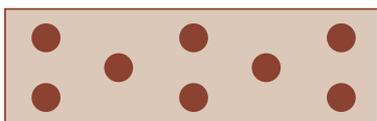
Procedimiento para toma de muestras a granel en vagones, por carretera, camiones.

Los incrementos se deben tomar a la profundidad total del lote. A continuación se sugieren algunos patrones:

- **Hasta 15 toneladas:** 5 puntos de muestreo



- **De 15 a 30 toneladas:** 8 puntos de muestreo



- **De 30 a 500 toneladas:** mínimo 11 puntos de muestreo



- **Más número de toneladas:** véase procedimiento para muestreo en silos, depósitos o bodegas (Tabla 3).

Si el tipo de vagón o camión no permite que las muestras se tomen de esta manera, o si existe algún acuerdo aparte entre comprador y vendedor, la almendra se debe muestrear durante la descarga de la misma.

Procedimiento para muestreo en silos, depósitos o bodegas

Los incrementos se deben tomar de la profundidad total del lote. Para lograrlo se debe usar un instrumento adecuado. Si la profundidad del lote no permite usar este método, el muestreo se debe tomar de las almendras en movimiento (según norma ISO 6644).

Las almendras se deben muestrear utilizando un sistema de cuadrícula, por ejemplo similar a aquel que se usa para vagones terrestres.

El número de incrementos se debe determinar de acuerdo con lo siguiente:

Se toma la raíz cuadrada del tonelaje del grano a granel. Se divide en dos y se redondea al número entero más próximo. Este es el número mínimo de incrementos que se deben obtener. Si las circunstancias determinan que se requieren más incrementos para obtener un promedio justo de muestras de la almendra a granel, entonces se deben tomar más muestras, las cuales es preciso obtener aleatoriamente de diferentes posiciones del granel. Para ejemplos, véase la Tabla 3.

Tabla 3. Número de incrementos para grano a granel de más de 500 toneladas

Tonelaje	Raíz cuadrada	Número de incrementos
500	22.4	12
1000	31.6	16
2000	44.7	23
4000	63.2	32
6000	77.4	39
8000	89.4	45
10000	100	50

* Fuente: Norma Técnica Colombiana NTC 271. Página 5

Ácidos grasos libres (AGL) en almendra (GenML – S2-Cal2)

Alcance

Esta prueba establece la metodología para determinar el contenido de AGL en la almendra (Figura 7).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultaron:

- Icontec. 1999. Norma técnica colombiana 218. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de acidez y de la acidez.
- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p 2.5, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of acidity, p. 188.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplica la siguiente definición:

- **Ácidos grasos libres (AGL):** son todos aquellos ácidos grasos que han roto el enlace éster con el glicerol y se encuentran libres en el aceite de palmiste. El contenido de ácidos grasos libres se reporta como porcentaje y expresa el peso (mg) de hidróxido de sodio requerido para neutralizar un gramo de material graso. Para el aceite de palmiste se estima sobre el ácido láurico.

Principio

Se extrae con solvente el aceite de una muestra de almendra. Se disuelve en etanol neutralizado, se calienta y se titula con solución acuosa de hidróxido de sodio.

Reactivos

- **Solvente:** n-hexano o éter de petróleo

Elementos, materiales y equipos

- Estufa eléctrica.
- Equipo de extracción soxhlet completo.
- Beaker de 250 ml.
- Agitador de vidrio.
- Embudo.
- Papel celulosa.
- Erlenmeyer de 1.000 ml con boca esmerilada.
- Matraz fondo plano de 250 ml con boca esmerilada.
- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Bureta de 25 ml.
- Recipientes de vidrio para muestra.

- Agitadores magnéticos.
- Plancha de calentamiento con agitación o estufa eléctrica.
- Frascos cuentagotas.
- Probeta de 100 ml.

Muestreo

1. El muestreo de almendra tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica colombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos.
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuartea hasta aproximadamente 2.000 gramos. Esto constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada inmediatamente al mismo para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. En el laboratorio se realiza un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 50 g, que se debe llevar al molino donde se tritura completamente.
2. La muestra molida se deposita en un vaso de precipitados de forma alta de 250 ml, y se le agregan aproximadamente 100 ml de solvente.
3. Se realiza un calentamiento suave (50-60 °C) con agitación para permitir un rápido desprendimiento del aceite, hasta que empiecen a aparecer las primeras burbujas de ebullición.
4. La muestra molida con solvente se pasa a través de un papel filtro en el que se separa la mezcla aceite-solvente de la masa molida.
5. La mezcla aceite-solvente se lleva a un equipo soxhlet de extracción para recuperar el aceite extraído por la almendra. Cuando se estén separando el aceite de palmiste del solvente, se debe tener precaución y no dejar quemar el aceite, puesto que los resultados pueden alterarse.
6. Una vez se ha retirado el balón del equipo de extracción, se vierte el aceite en una cápsula de porcelana, la cual se pone en un horno de calentamiento a 103 °C durante 15 minutos, para la evaporación total del solvente.
7. Tarar un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco en la balanza analítica.
8. Colocar en el erlenmeyer de $5 \pm 0,5$ g de aceite.

Contenido Ácidos Grasos Libres AGL (Almendra)

Calidad de la Almendra

Muestreo

Para muestreo de almendra a granel o para despachos, remitirse al procedimiento de muestreo de almendra para análisis de calidad descrito en este documento

Al final del muestreo por bultos o a granel, homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra global de 2000 g

Obtención de la muestra

Homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra de 50 gramos

Con la ayuda de un molino mecánico triturar las almendras
Ajustar el molino para obtener partículas de 2mm aproximadamente

Depositar la almendra triturada en un beaker de 250 mL - agregar 100 mL de solvente

Calentar el beaker suavemente (50°C - 60°C), agitando constantemente hasta que empiece a aparecer las primeras burbujas de ebullición.

Pasar la mezcla a través de un papel de celulosa o papel filtro

Llevar la mezcla solvente-aceite a un sistema de extracción tipo Soxhlet

Recuperar el aceite cuidadosamente sin dejar quemar el aceite

Secar el aceite recuperado en horno eléctrico a 103°C ± 2°C durante 30 minutos para retirar la totalidad del solvente

Dejar enfriar en desecador por 30 minutos

Pesar 5 ± 0,5 g del aceite recuperado en un erlenmeyer

 Registrar mínimo tres cifras decimales

 Verificar neutralidad del Etanol

De requerirse neutralizar con NaOH 0,1 N (fenolftaleína como indicador)

Medir 50 mL de Etanol (95%) en una probeta
agregar al erlenmeyer con el aceite

Calentar hasta (40°C - 50°C)

Agregar 5 gotas de fenolftaleína

si se cuenta con plancha de calentamiento, agregar agitador magnético

Titular con Hidróxido de Sodio (NaOH) estandarizado a 0,1 N
Agitación suave - Hasta obtener un cambio de color definido naranja rosáceo
verificar que el cambio de color se mantenga por lo menos 30 segundos

 Leer volúmen de NaOH consumido

Realizar cálculos como:

$$AGL (\text{aceite Palmiste}) = \frac{20 * V * N}{W}$$

Figura 7. Diagrama de flujo para evaluación de AGL en almendra.

9. Medir en una probeta 50 ml de etanol al 95% (v/v) previamente neutralizado. Agregar al aceite pesado.
10. Calentar hasta 40-50 °C, usando el horno o una plancha de calentamiento.
11. Agregar cinco gotas de fenolftaleína (1%) e introducir un agitador magnético en el erlenmeyer.
12. Titular gota a gota con hidróxido de sodio 0.1 N estandarizado y agitar suavemente, hasta lograr un ligero y definido cambio de color en el indicador. Este color debe permanecer por 30 segundos. Durante la titulación se puede mantener un calentamiento moderado (máximo 50 °C).

Expresión de los resultados

El contenido de ácidos grasos libres (AGL) se reporta como porcentaje y se calcula con la ecuación:

$$\% \text{ AGL} = \frac{20 * V * N}{W}$$

Donde:

V = Volumen de solución de hidróxido de sodio, expresado en ml.

N = Normalidad de la solución de hidróxido de sodio.

W = Peso de la muestra de aceite de palmiste, expresada en gramos.

Humedad de la almendra

(CenML – S2-Cal3)

Alcance

Esta prueba establece la metodología para la determinación del contenido de humedad de las almendras de palma de aceite (Figura 8).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultó:

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.2, Methods of test for palm kernel products: determination of Moisture and volatile matter in palms kernel. p. 69.

Términos y definiciones

Para los propósitos de la presente metodología, se aplica la siguiente definición:

- **Contenido de humedad y materia volátil:** pérdida en masa de un producto mediante calentamiento a 103 °C ± 2 °C. Es reportada como una relación porcentual entre la masa que se pierde hasta la estabilización con respecto a la masa inicial de la muestra.

Principio

Se calienta una porción de ensayo a 103 °C ± 2 °C hasta que la humedad y materia volátil se eliminen completamente (estabilidad de su peso). Se enfría y se determina su pérdida de peso.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Horno eléctrico regulado a 103 °C ± 2 °C.
- Cápsula de porcelana.
- Desecador que contenga suficiente material desecante.
- Pinzas metálicas.
- Molino mecánico.
- Tazas plásticas.

Muestreo

1. El muestreo de almendra tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica colombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos.
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuarteo hasta aproximadamente 2.000 gramos. Esto constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada al mismo de inmediato, para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. Secar una cápsula de porcelana limpia en el horno a 105 °C durante aproximadamente 15 minutos.
2. Transcurrido este tiempo, sacar la cápsula con ayuda de las pinzas y dejarla enfriar en el desecador durante 30-45 minutos.
3. Pesar la cápsula con aproximación al miligramo. Registrar este valor en el formato respectivo.

Humedad y Materia Volátil (almendra)

Calidad de la Almendra

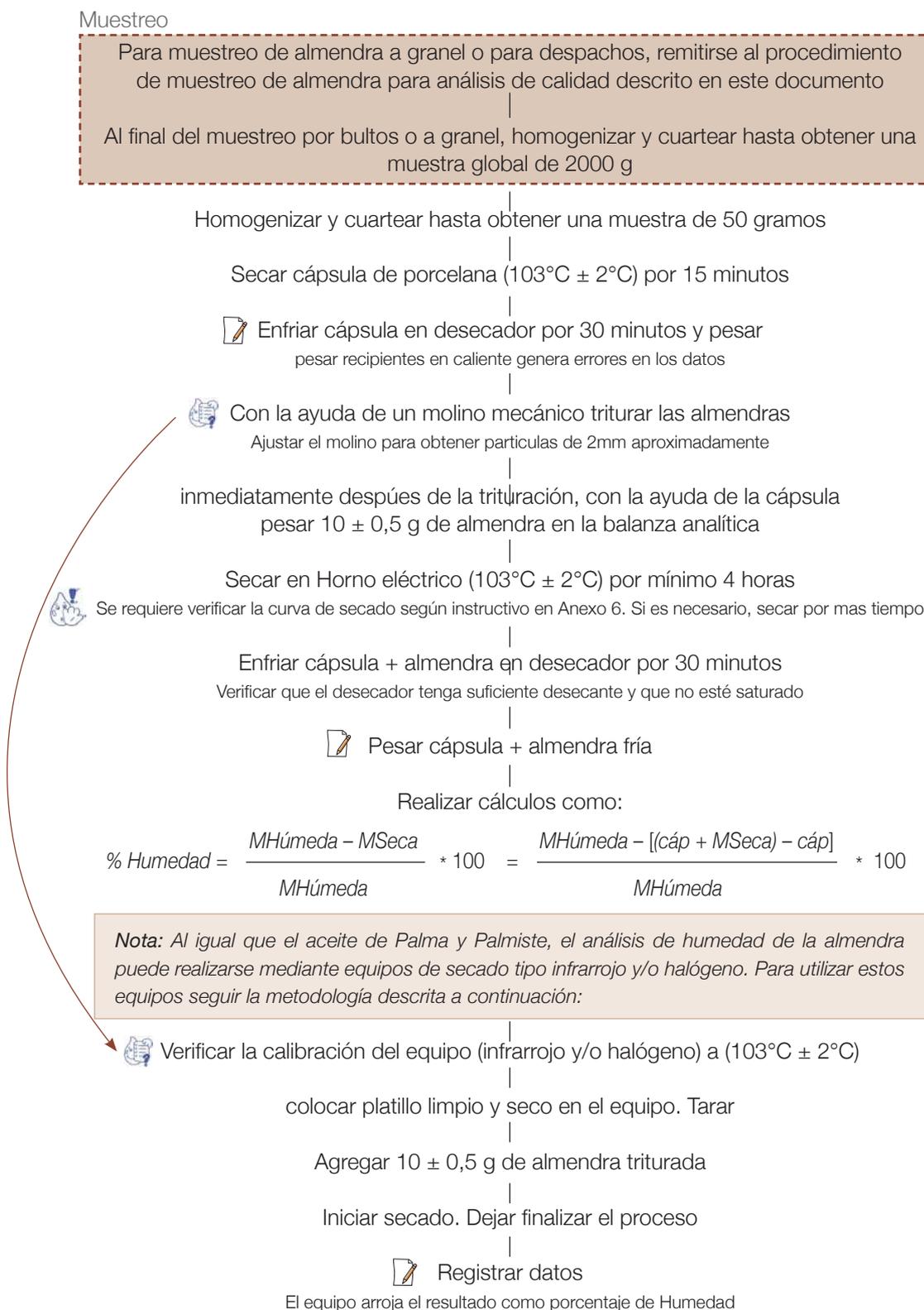


Figura 8. Diagrama de flujo para determinación de humedad en almendra.

4. De la muestra de almendra entera, realizar en el laboratorio un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 50 g.
5. Triturar esta muestra en el molino mecánico a un tamaño de partícula de máximo 2 mm.
6. Llevar inmediatamente a la balanza y pesar en una cápsula de porcelana 10 g de muestra.
7. Llevar al horno eléctrico a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por cuatro horas. Hasta que el peso de la muestra se estabilice.
8. Llevar la cápsula al desecador y dejar enfriar completamente.
9. Pesar la muestra seca y fría. Registrar el peso en el formato respectivo.

Nota: el contenido de humedad de las almendras empacadas debe estar entre 6,5 y 7,5%. Si es más del 8%, puede ocurrir la formación de moho y existe el riesgo de desarrollar aflatoxinas que incrementan el contenido de AGL en el aceite de la almendra.

Para la determinación de la humedad de la almendra pueden usarse de manera alternativa balanzas analíticas con sistemas infrarrojos y de tipo halógeno. Estos equipos reducen sustancialmente el tiempo requerido para los análisis. Sin embargo, debe prestarse atención a la distribución del material en los platillos de aluminio, con el fin de evitar errores en los datos reportados. Se recomienda realizar evaluaciones periódicas de la operación de estos equipos, comparando con el método tradicional en horno eléctrico. Las diferencias entre los dos métodos no deben ser mayores de 0,5%.

Expresión de los resultados

El contenido de humedad se expresa como una relación porcentual entre la diferencia de peso luego del secado y el peso inicial. Se calcula como:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Peso inicial Alm húmeda} - \text{Peso Alm seca}}{\text{Peso inicial Alm húmeda}} * 100$$

Impurezas de la almendra

(CenML – S2-Cal4)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la evaluación del contenido de impurezas en las almendras (Figura 9).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultó:

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.1, Methods of test for palm kernel products: determination of Shell and Dirt in Palm Kernel. p. 65.

Términos y definiciones

Para los efectos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Impurezas:** cuerpos extraños no oleaginosos (por ejemplo: basura, piezas de metal, piedras, semillas de otras plantas, etc.), espigas, fibras y cáscaras.
- **Nueces rotas:** hace referencia a aquellas nueces presentes en la almendra, que han sufrido fracturas durante el proceso de prensado y trituración, y cuya almendra se encuentra parcial o totalmente adherida a la cáscara.
- **Nueces enteras:** aquellas nueces presentes en la almendra y que no han sufrido fracturas durante la trituración.
- **Cáscaras libres:** hace referencia a las porciones de cáscaras presentes en la almendra y que han sido liberadas por la rotura de nueces en el proceso de prensado.

Materiales y equipos

- Balanza: con aproximación de $\pm 0,1$ g.
- Recipientes plásticos.
- Bandeja grande.
- Martillo.

Muestreo

1. El muestreo de almendra tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica colombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos.
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuarteo hasta aproximadamente 2.000 gramos. Esta constituye la muestra de laboratorio y

Impureza (almendra)

Calidad de la almendra

Muestreo

Para muestreo de almendra a granel o para despachos, remitirse al procedimiento de muestreo de almendra para análisis de calidad descrito en este documento

Al final del muestreo por bultos o a granel, homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra global de 2000 g

 Homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra de 400 gramos. Pesar

Esparcir sobre una superficie limpia



Separar y remover todos los materiales diferentes a almendra

separar nueces enteras, nueces rotas, cáscaras libres y otras impurezas. Pesar por separado estos elementos antes de romperlos ayuda a identificar el punto del proceso que origina mayor impureza

De encontrarse nueces enteras y nueces rotas, éstas deben romperse y separar su cáscara



 Pesar las cáscaras libres

Realizar los cálculos

Ejemplo: Impurezas de la almendra

Datos	
Peso muestra (g)	400,367
Peso cáscaras libres (g)	19,584
Peso cáscaras de nueces enteras (g)	5,243
Peso cáscaras de nueces rotas (g)	4,479
Peso cáscaras totales (g)	29,306

$Peso\ cáscaras\ totales = cásc\ de\ nuez\ rota + cásc\ de\ nuez\ entera + cásc\ libre = 4,479 + 5,243 + 19,584 = 29,306$

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{Peso cáscaras totales}}{\text{Peso muestra almendra}} * 100 = \frac{29,306}{400,367} * 100 = 7,32\%$$

Nota técnica: El registro individual de las impurezas permite identificar fácilmente el origen de las impurezas en el proceso. Para este ejemplo en particular se nota que las impurezas libres representan el 66,8% del total de las impurezas en la almendra, frente a un 33,2% correspondiente a nueces enteras y rotas. Esta información deja ver que el punto del proceso responsable de las mayores impurezas es la separación de almendras y cáscaras por sistemas neumáticos. Por otra parte, la presencia de nueces enteras y rotas en las almendras indican deficiencias en el sistema de rompimiento de nueces.

Figura 9. Diagrama de flujo para determinación de impurezas en almendra.

debe ser llevada al mismo de inmediato, para su respectivo análisis.

3. Cuando se requiere analizar la humedad como un parámetro de control de calidad del proceso, la muestra se toma a la salida de los silos secadores de almendra. Cada dos horas, durante el proceso, tomar una muestra de aproximadamente 2.000 gramos de almendras y llevar al laboratorio para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. De la muestra de almendra entera, realizar en el laboratorio un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 400 g.
2. Esparcir la muestra en una superficie limpia (bandeja). Remover y separar todos los materiales extraños como: suciedad, tallos, fibras y cáscaras. Separar también las nueces enteras y las nueces rotas.
3. Romper con la ayuda de un martillo tanto las nueces enteras como las rotas, separar sus cáscaras y desechar sus almendras.
4. Pesar los elementos por separado en la balanza. Registrar el peso en el formato respectivo.

Expresión de los resultados

Las impurezas son expresadas como una relación porcentual. Se calculan como:

$$\% \text{ Impurezas} = \frac{\text{Peso impurezas}}{\text{Peso inicial muestra sucia}} * 100$$

Donde: el peso de las impurezas es igual a la suma materiales extraños, cáscaras libres, cáscaras provenientes de nueces enteras y nueces rotas presentes en la almendra.

Contenido de aceite en la almendra (CenML – S2-Cal5)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de aceite en las almendras (Figura 10).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Además, se consultó:

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.3, Methods of test for palm kernel products: determination of Oil content in Palm Kernell. p. 72.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de almendras se tritura y se somete a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante seis horas. El aceite extraído se separa del solvente y posteriormente se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

- Recipiente plástico o metálico con tapa, que tenga un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas.
- Balanza analítica con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.
- Molino mecánico.

Muestreo

1. El muestreo de almendra tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica colombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene

- de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos.
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego, al finalizar el turno o el proceso, se cuartea hasta aproximadamente 2.000 gramos. Ésta constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada al mismo de inmediato, para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. Pesarse una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en una balanza analítica con aproximación al miligramo, tomar el dato del peso cuando este se encuentre estable y registrar en el formato respectivo.
2. Pesarse nuevamente la cápsula junto con el papel celulosa y registrar en el formato respectivo.
3. De la muestra de almendra entera, realizar en el laboratorio un cuarteo siguiendo el método de los cuadrantes, hasta alcanzar una muestra final de 50 g.
4. Triturar esta muestra en el molino mecánico a un tamaño de partícula de máximo 2 mm.
5. Llevar inmediatamente a la balanza y pesar 10 g de muestra en una cápsula de porcelana.
6. Llevar al horno eléctrico a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por cuatro horas, hasta que el peso de la muestra se estabilice.
7. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30-45 minutos hasta que se enfríe completamente.
8. Pesarse la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
9. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. En el caso de presentarse, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.
10. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa, y cerrar bien los extremos del dedal.
11. Pesarse un balón (matraz) de fondo plano limpio, seco y frío en la balanza analítica. El balón debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
12. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
13. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de seis horas.
14. Luego de este periodo, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar nuevamente el montaje del extractor, balón y condensador para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
15. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$, hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
16. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante 30 minutos aproximadamente. Pesarse el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en la almendra, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
C	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
D	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
G	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
J	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+MSeca
M	Peso balón vacío	gramos	Balón
R	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Expresión de los resultados

El contenido de humedad en la almendrase expresa como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua(g)} = \text{MHumeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en la almendra, expresado como un porcentaje másico con respecto a la muestra húmeda inicial, es igual a:c

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{Muestra}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHumeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

Aceite en almendra

Calidad de la almendra

Muestreo

Para muestreo de almendra a granel o para despachos, remitirse al procedimiento de muestreo de almendra para análisis de calidad descrito en este documento

Al final del muestreo por bultos o a granel, homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra global de 2000 g

Homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra de 50 gramos

Secar cápsula de porcelana ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por 15 minutos

 Enfriar cápsula en desecador por 30 minutos y pesar
pesar recipientes en caliente genera errores en los datos

 Con la ayuda de un molino mecánico triturar las almendras
Ajustar el molino para obtener partículas de 2mm aproximadamente

 inmediatamente después de la trituración, con la ayuda de la cápsula pesar
 $10 \pm 0,5$ g de almendra en la balanza analítica

 Secar en Horno eléctrico ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por mínimo 4 horas
Se requiere verificar la curva de secado según instructivo en Anexo 6. Si es necesario, secar por mas tiempo

 Dejar enfriar en desecador por 30 minutos y pesar
 Se recomienda en este punto calcular el porcentaje de humedad a fin de constatar que no se cometieron errores

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)

Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

 Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío
Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

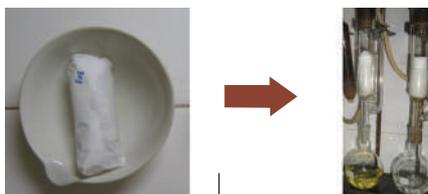
Llenar el balón con solvente a máximo 3/4 de su capacidad

Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente debe ser suficiente para hacer cifón



Dar inicio a la extracción Soxhlet. Dejar extraer durante mínimo 4 horas

Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa.



Retirar el cartucho del extractor y proceder a recuperar el solvente, hasta retirar la mayor cantidad posible del solvente del balón

Desconectar el cuerpo del extractor del balón, retirar el cartucho, conectar nuevamente el extractor

Usar elementos de seguridad: guantes, máscara y cámara de extracción

verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin

Retirar el balón con el aceite extraído, introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20 a 30 minutos)

Enfriar el balón con aceite en desecador por 20 minutos

Pesar el balón con el aceite extraído

Realizar Cálculos

Ejemplo: Contenido de aceite en almendra

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	84,915
Peso Cápsula + papel (g)	88,555
Peso Muestra húmeda (g)	10,049
Peso Cápsula + muestra seca (g)	98,018
Peso Balón vacío (g)	106,516
Peso balón + aceite (g)	111,370

$$\text{Agua (g)} = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + \text{pap})] = 10,049 - [98,018 - 88,555] = 0,586$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{0,586}{10,049} * 100 = 5,83\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón} = 111,370 - 106,516 = 4,854$$

$$\% \frac{\text{Aceite}}{\text{Muestra Húmeda}} = \frac{\text{Aceite}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{4,854}{10,049} * 100 = 48,30\%$$

Figura 10. Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en almendra.

Calidad de la torta de palmiste

Humedad de la torta de palmiste

(CenML – S2-Ctp1)

Alcance

Esta prueba establece la metodología para la determinación del contenido de humedad de la torta de palmiste (Figura 11).

Documentos de referencia

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k2.26, Methods of test for palm kernel products: determination of Moisture and volatile matter in palm kernel cake. p. 109.

Términos y definiciones

Para los propósitos de la presente metodología, se aplica la siguiente definición:

- **Contenido de humedad y materia volátil:** pérdida en masa de un producto mediante calentamiento a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$. Se reporta como una relación porcentual entre la masa que se pierde hasta estabilización con respecto a la masa inicial de la muestra.

Principio

Se calienta una porción de ensayo a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta que la humedad y materia volátil se eliminen completamente (estabilidad de su peso). Se enfría y se determina su pérdida de peso.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Horno eléctrico regulado a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- Cápsula de porcelana.
- Desecador que contenga suficiente material desecante.
- Pinzas metálicas.
- Molino mecánico.
- Tazas plásticas.

Muestreo

1. El muestreo de torta de palmiste tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica co-

lombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos.

2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego al finalizar el turno o el proceso, se cuartea hasta aproximadamente 2.000 gramos. Esto constituye la muestra de laboratorio que debe ser llevada al mismo de inmediato, para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. Secar una cápsula de porcelana limpia en el horno a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante aproximadamente 15 minutos.
2. Transcurrido este tiempo, sacar la cápsula con ayuda de las pinzas y dejarla enfriar en el desecador durante 30-45 minutos.
3. Pesar la cápsula con aproximación al miligramo. Registrar este valor en el formato respectivo.
4. De la muestra de torta de palmiste, homogenizar y pesar en la cápsula 5 g de muestra.
5. Llevar al horno eléctrico a una temperatura de $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ por cuatro horas, hasta que el peso de la muestra se estabilice.
6. Llevar la cápsula al desecador y dejar enfriar completamente.
7. Pesar la muestra seca y fría. Registrar el peso en el formato respectivo.

Nota: para la determinación de la humedad de la torta de palmiste pueden usarse de manera alternativa balanzas analíticas con sistemas infrarrojos y de tipo halógeno. Estos equipos reducen sustancialmente el tiempo requerido para los análisis. Sin embargo, debe prestarse atención a la distribución del material en los platillos de aluminio, con el fin de evitar errores en los datos reportados. Se recomienda realizar evaluaciones periódicas de la operación de estos equipos, comparando con el método tradicional en horno eléctrico. Las diferencias entre los dos métodos no deben ser mayores de 0,5%.

Expresión de los resultados

El contenido de humedad se expresa como una relación porcentual entre la diferencia de peso luego del secado y el peso inicial. Se calcula como:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Peso inicial Alm húmeda} - \text{Peso Alm seca}}{\text{Peso inicial Alm húmeda}} * 100$$

Humedad y Materia Volátil (torta de palmiste)

Calidad de la torta de palmiste

Muestreo

Para muestreo de torta de palmiste a granel o para despachos, remitirse al procedimiento de muestreo de almendra para análisis de calidad descrito en este documento

Al final del muestreo por bultos o a granel, homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra global de 2000 g

Homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra de 50 gramos

Secar cápsula de porcelana ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por 15 minutos

 Enfriar cápsula en desecador por 30 minutos y pesar
 pesar recipientes en caliente genera errores en los datos

 Con la ayuda de la cápsula pesar $10 \pm 0,5$ g de torta de palmiste en la balanza analítica

 Secar en Horno eléctrico ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por mínimo 4 horas
 Se requiere verificar la curva de secado según instructivo en Anexo 6. Si es necesario, secar por mas tiempo

 Enfriar cápsula + torta de palmiste en desecador por 30 minutos
 Verificar que el desecador tenga suficiente desecante y que no esté saturado

 Pesar cápsula + torta palmiste fría

Realizar cálculos como:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{MHúmeda - MSeca}{MHúmeda} * 100 = \frac{MHúmeda - [(cáp + MSeca) - cáp]}{MHúmeda} * 100$$

Nota: Al igual que el aceite de Palma y Palmiste, el análisis de humedad de la torta de palmise puede realizarse mediante equipos de secado tipo infrarrojo y/o halógeno. Para utilizar estos equipos seguir la metodología descrita a continuación:

 Verificar la calibración del equipo (infrarrojo y/o halógeno) a ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$)

colocar platillo limpio y seco en el equipo. Tarar

Agregar $10 \pm 0,5$ g de torta de palmiste

Iniciar secado. Dejar finalizar el proceso

 Registrar datos

El equipo arroja el resultado como porcentaje de Humedad

Figura 11. Diagrama de flujo para evaluación de humedad en torta de palmiste.

Contenido de aceite en la torta de palmiste (CenML – S2-Ctp2)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de aceite en la torta de palmiste (Figura 12).

Documentos de referencia

- Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, *et ál.* 2005. MPOB Test methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.3, Methods of test for palm kernel products: determination of oil content in Palm Kernell. p.72.
- Cenipalma. 2008. Informe de labores. Documento interno. *Evaluación de metodologías para la determinación de pérdidas de aceite y almendras.*

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de torta de palmiste se somete a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante cuatro horas. El aceite extraído es separado del solvente y posteriormente se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

- Recipiente plástico o metálico con tapa, que sea de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas.
- Balanza analítica con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.

- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

1. El muestreo de torta de palmiste tanto en arrume (sacos), como a granel (en silos), debe realizarse de acuerdo con la norma técnica colombiana 271 (Ver metodología de muestreo de almendra para análisis de calidad). Se obtiene de cada bulto una muestra de aproximadamente 100 gramos. .
2. El volumen total de la muestra se mezcla bien y luego, al finalizar el turno o el proceso, se cuartea hasta aproximadamente 2.000 gramos. Esto constituye la muestra de laboratorio y debe ser llevada al mismo de inmediato, para su respectivo análisis.

Procedimiento

1. Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en una balanza analítica con aproximación al miligramo, tomar el dato del peso cuando se encuentre estable y registrar en el formato respectivo.
2. Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel celulosa y registrar en el formato respectivo.
3. Homogenizar la muestra de torta y pesar en la cápsula $15 \pm 0,5$ g de muestra.
4. Llevar al horno eléctrico a una temperatura de $103 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ por cuatro horas, hasta que el peso de la muestra se estabilice.
5. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30-45 minutos hasta que se enfríe completamente.
6. Pesar la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica y registrar el peso en el formato respectivo.
7. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. En el caso de presentarse, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.
8. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa y cerrar bien los extremos del dedal.
9. Pesar un balón (matraz) de fondo plano limpio, seco y frío en la balanza analítica. El balón debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.

10. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
11. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
12. Luego de este periodo, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar nuevamente el montaje del extractor, balón y condensador para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
13. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
14. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante 30 minutos aproximadamente. Pesar el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en la torta de palmiste, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
C	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
D	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
G	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
J	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+M Seca
M	Peso balón vacío	gramos	Balón
R	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad en la torta de palmiste se expresa como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en la torta de palmiste, expresado como un porcentaje másico con respecto a la muestra húmeda inicial, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{Muestra}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

El contenido de aceite en la almendra expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido en la muestra de sólidos secos no aceitosos es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

SSNA = Masa de sólidos secos no aceitosos en gramos

El contenido de sólidos secos no aceitosos en la torta de palmiste expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo es igual a:

$$\% = \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} = \frac{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Aceite en torta de palmiste

Calidad de la torta de palmiste

Muestreo

Para muestreo de almendra a granel o para despachos, remitirse al procedimiento de muestreo de almendra para análisis de calidad descrito en este documento

Al final del muestreo por bultos o a granel, homogenizar y cuartear hasta obtener una muestra global de 2000 g

 Pesar una cápsula vacía limpia y seca

 Homogenizar, cuartear y pesar $10 \pm 0,5$ g de torta de palmiste

Secar en horno eléctrico ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por mínimo 4 horas

Se requiere verificar la curva de secado según instructivo (ver ítem 3.1.7). Si es necesario, secar por mas tiempo.

 Si se usa horno microondas se debe contar con la curva de secado correspondiente

Dejar enfriar en desecador por 30 minutos y pesar

 Se recomienda en este punto calcular el porcentaje de humedad a fin de constatar que no se cometieron errores

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)

Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

 Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío
 Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

Llenar el balón con solvente a máximo 3/4 de su capacidad

Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente debe ser suficiente para hacer cifón

 Dar inicio a la extracción Soxhlet. Dejar extraer durante mínimo 4 horas

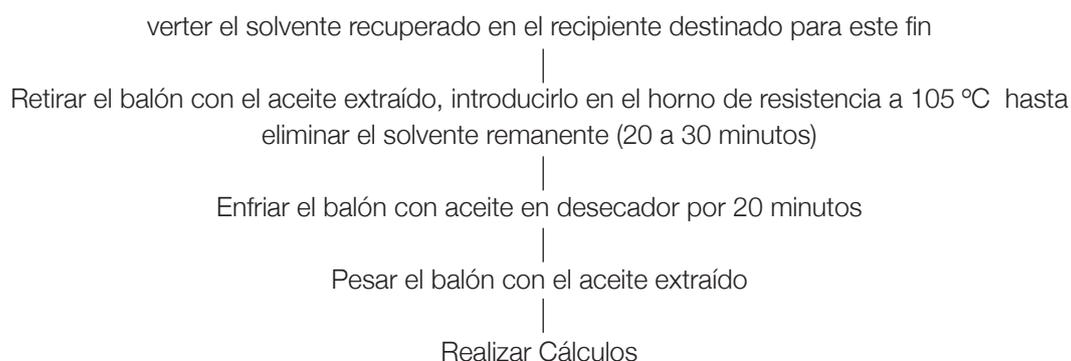
Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa.



Retirar el cartucho del extractor y proceder a recuperar el solvente, hasta retirar la mayor cantidad posible del solvente del balón

Desconectar el cuerpo del extractor del balón, retirar el cartucho, conectar nuevamente el extractor

Usar elementos de seguridad: guantes, máscara y cámara de extracción



Ejemplo: Contenido de aceite en torta de palmiste

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	81,522
Peso Cápsula + papel (g)	84,533
Peso Muestra húmeda (g)	15,032
Peso Cápsula + muestra seca (g)	98,602
Peso Balón vacío (g)	108,157
Peso balón + aceite (g)	109,675

$$\text{Agua (g)} = M_{\text{Húmeda}} - [(Cap + M_{\text{seca}}) - (Cap + pap)] = 15,032 - [98,602 - 84,533] = 0,963$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{0,963}{15,032} * 100 = 6,40\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (Balón + Ac) - Balón = 109,675 - 108,157 = 1,518$$

$$\% \frac{SSNA}{M_{\text{Húmeda}}} = \frac{M_{\text{Húmeda}} - \text{Aceite} - \text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{15,032 - 1,518 - 0,963}{15,032} * 100 = 83,49\%$$

Figura 12. Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en torta de palmiste.

Capítulo 3

Balance de pérdidas de aceite y almendra y control de proceso (CenML – S3)



Determinación de pérdidas de aceite

Contenido de aceite en tusa

(GenML-S3-Pac1)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite impregnado en las espigas y pedúnculos de los racimos vacíos, por efecto de su esterilización y desfrutación (Figura 13).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*.
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Tusa:** parte del cuerpo estructural del racimo que soporta los frutos. Está compuesto por un eje central denominado pedúnculo, del cual se desprenden unas ramificaciones denominadas espigas. Sobre estas últimas están adheridos los frutos y, por ende, es la parte de la tusa que mayor impregnación de aceite presenta.

- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (toneladas).
- **Frutos adheridos:** hace referencia a los frutos internos y externos que quedan adheridos a la tusa luego de realizarse el proceso de desfrutado.
- **Racimos mal desfrutados:** aquellas tusas en las que se identifiquen frutos adheridos de fácil remoción, luego de pasar por la etapa de desfrutación.
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de tusa finamente picada se somete a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de cuatro horas. El aceite extraído es separado del solvente. Posteriormente se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Cuchillo o machete.
- Hacha.
- Balanza.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica con exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa .
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

La etapa de muestreo es determinante en la calidad y en la representatividad de los datos reportados, debido a las condiciones de variabilidad del proceso de extracción de aceite.

El cuarteo es un procedimiento utilizado para tomar submuestras. En un cuarteo la muestra es homogenizada cuidadosamente, luego de lo cual se separa en cuatro porciones. De ellas se toman dos al azar y las restantes se descartan.

El muestreo de tusas para determinación de pérdida de aceite por impregnación se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- a. En la banda transportadora, a la salida del o de los equipos desfrutadores, contar el paso de 10 tusas consecutivas.
- b. Tomar y reservar la tusa número 10, verificando que no contenga frutos adheridos; es decir, que esté bien desfrutada. Si no lo está, repetir el conteo para tomar una nueva tusa.
- c. Con ayuda de un cuchillo o un machete, cortar la tusa en cuartos longitudinales de igual tamaño, que incluyan pedúnculo y espigas de forma proporcional.
- d. Depositar uno de los cuartos en un recipiente con tapa. Descartar los tres cuartos de tusa restantes.
- e. Repetir el procedimiento cada hora.
- f. Al finalizar el día, tomar los cuartos de tusa y con un cuchillo separarles las espigas de los pedúnculos.
- g. Mezclar las espigas provenientes de todos los cuartos de tusa.
- h. Utilizando un cuchillo o hacha, picar las espigas en pedazos grandes. Homogenizar y cuartear. Descartar los pedazos restantes al cuarteo.
- i. Picar nuevamente la porción de espigas seleccionada. Homogenizar y realizar un nuevo cuarteo.
- j. Repetir el ítem anterior, realizando cuarteos sucesivos hasta obtener una muestra de espigas finamente picada de aproximadamente 100 gramos. Llevar la muestra al laboratorio para realizar el análisis de contenido de aceite.
- k. Mezclar los pedúnculos provenientes de todos los cuartos de tusa.
- l. Utilizando un cuchillo o hacha, picar los pedúnculos en pedazos grandes. Homogenizar y cuartear. Descartar los pedazos restantes al cuarteo.
- m. Picar nuevamente la porción seleccionada de pedúnculos. Homogenizar y realizar un nuevo cuarteo.
- n. Repetir el ítem anterior, realizando cuarteos sucesivos hasta obtener una muestra de pedúnculo finamente picada de aproximadamente 100 gramos. Llevar la muestra al laboratorio para realizar el análisis de contenido de aceite.

Procedimiento

- o. Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en una balanza analítica con aproximación al miligramo, y tomar el dato del peso cuando éste se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- p. Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel celulosa. Registrar en el formato respectivo.
- q. Según el porcentaje de espiga/pedúnculo preestablecido para cada planta de beneficio, añadir proporcionalmente a la cápsula $10 \pm 0,2$ gramos de muestra (espiga y pedúnculo). Pesar en la balanza analítica y registrar el peso en el formato respectivo*.
- r. Llevar la cápsula al horno de resistencia a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta alcanzar un peso constante (aproximadamente seis horas). El uso del horno microondas es una alternativa práctica para el secado de las muestras; sin embargo, el ciclo de calentamiento aplicado debe ser evaluado periódicamente con el fin de retirar adecuadamente la humedad. (Ver Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción Soxhlet).
- s. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30 minutos hasta que se enfríe completamente.
- t. Pesar la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
- u. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. En el caso de presentarse, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.
- v. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- w. Pesar en la balanza analítica un balón (matraz)

- de fondo plano, limpio, seco y frío, marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- x. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
 - y. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
 - z. Una vez transcurrido ese lapso, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar nuevamente el montaje del extractor, balón y condensador para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
 - aa. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).

- bb. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante 30 minutos aproximadamente. Pesarse el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

***Nota:** El pesaje de la muestra de tusa se realiza de forma proporcional a la distribución de pedúnculo y espiga típica para el fruto procesado en cada planta de beneficio. Típicamente esta distribución se aproxima al 70% de espigas y el 30% de pedúnculo con respecto al peso total de la tusa; sin embargo, la misma puede cambiar con la variedad y la edad de la palma.

Para establecer una proporción espiga/pedúnculo se recomienda incluir en el ítem “f” (de este procedimiento) el pesaje de la totalidad de los cuartos de tusa acumulados durante el turno de procesamiento y el de las espigas y pedúnculos, luego de ser separados. A partir de ellos, estimar el porcentaje de pedúnculo y espiga por día de proceso.

Este procedimiento debe realizarse durante el mínimo un mes, para estimar el porcentaje de proporción espiga/pedúnculo promedio que podrá aplicar el laboratorio de la planta de beneficio durante el año en la realización del análisis de contenido de aceite en tusa.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en tusa, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
o	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
p	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
q	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
t	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+M Seca
w	Peso balón vacío	gramos	Balón
bb	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad de la tusa es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en la tusa, expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

SSNA = Masa de sólidos secos no aceitosos en gramos

El contenido de sólidos secos no aceitosos en la tusa, expresado como porcentaje másico con

respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, es igual a:

$$\% = \frac{SSNA}{MHúmeda} = \frac{MHúmeda - Ac - Agua}{MHúmeda} * 100$$

Aceite en tusas

Balance de pérdidas de aceite

Muestreo





Pesar una cápsula vacía limpia y seca

Acondicionar en la cápsula papel celulosa (filtro). Pesar
El papel celulosa debe estar libre de humedad

Pesar porciones el pedúnculo y espigas hasta un tota de $10 \pm 0,5$ g de forma
proporcional a la composición de la tusa

Típicamente la tusa se compone de 70% espigas y 30% pedúnculo. Se recomienda a cada Planta de Beneficio



verificar previamente esta distribución

Secar en Horno eléctrico ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por mínimo 6 horas

Se requiere verificar la curva de secado según instructivo (ver ítem 3.1.7). Si es necesario, secar por mas tiempo.



Si se usa horno microondas se debe contar con la curva de secado correspondiente

Dejar enfriar en desecador por 30 minutos y pesar



Se recomienda en este punto calcular el porcentaje de humedad a fin de constatar que no se cometieron errores

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)

Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío

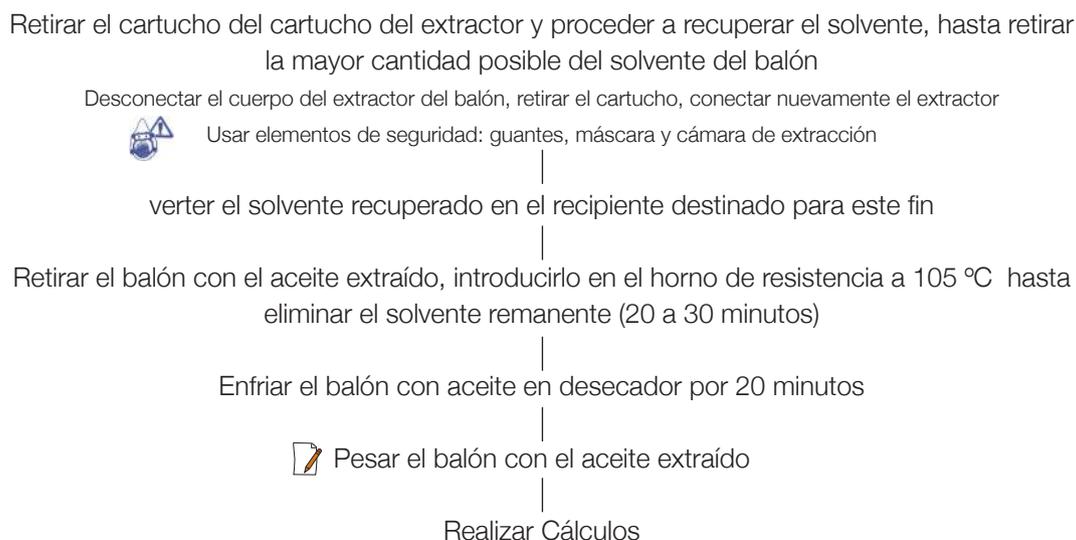
Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

Llenar el balón con solvente a máximo $3/4$ de su capacidad

Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente
debe ser suficiente para hacer cifón

Dar inicio a la extracción Soxhlet. Dejar extraer durante mínimo 4 horas

Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el
condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de
agua por el condensador de bolas y encender la estufa.



Ejemplo: Porcentaje aceite en tusas

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	72,626
Peso Cápsula + papel (g)	76,812
Peso Muestra húmeda (g)	10,013
Peso Cápsula + muestra seca (g)	80,538
Peso Balón vacío (g)	105,262
Peso balón + aceite (g)	105,449

Contenido de aceite en la tusa

$$\text{Agua (g)} = M_{\text{Húmeda}} - [(Cap + M_{\text{seca}}) - (Cap + pap + alg)] = 10,013 - [80,538 - 76,812] = 6,287$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{6,287}{10,013} * 100 = 62,79\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (\text{Balón} + Ac) - \text{Balón} = 105,262 - 105,449 = 0,187$$

$$\% \frac{SSNA}{M_{\text{Húmeda}}} = \frac{M_{\text{Húmeda}} - \text{Aceite} - \text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{10,013 - 0,187 - 6,287}{10,013} * 100 = 35,34\%$$

$$\% \frac{\text{Aceite}}{SSNA} = \frac{\text{Aceite}}{M_{\text{Húmeda}} - \text{Aceite} - \text{Agua}} * 100 = \frac{0,187}{10,013 - 0,187 - 6,287} * 100 = 5,28\%$$

Figura 13. Diagrama de flujo para evaluación de pérdida de aceite en tusa.

Contenido de aceite en tusa proveniente de racimos fracturados (método alternativo)

(CenML-S3-Pac2)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite impregnado en los racimos vacíos que han sido fracturados antes de la esterilización (Figura 14).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma.*
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio.*
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste.*
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Tusa:** parte del cuerpo estructural del racimo que soporta los frutos. Está compuesta por un eje central denominado pedúnculo, del cual se desprenden unas ramificaciones denominadas espigas. A ellas están adheridos los frutos y por ende es la parte de la tusa que mayor impregnación de aceite presenta.
- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (Toneladas).

- **Frutos adheridos:** hace referencia a los frutos internos y externos que quedan adheridos a la tusa luego de realizarse el proceso de desfrutación.
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido de sólidos sin agua y sin aceite contenidos en la muestra. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de tusa finamente picada es sometida a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de cuatro horas. El aceite extraído es separado del solvente. Posteriormente, se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa: De un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Cuchillo o machete.
- Hacha.
- Balanza.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica con exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

La etapa de muestreo es determinante en la calidad y en la representatividad de los datos reportados, debido a las condiciones de variabilidad del proceso de extracción de aceite.

Debido a las características particulares de los racimos que han sido previamente fracturados, en los cuales no es clara la separación entre el pedúnculo y las espigas, se requiere que el muestreo se realice sobre la totalidad de las fracciones. Esto requiere un procedimiento más riguroso, con el fin de que las muestras evaluadas sean representativas.

El muestreo de tusas de racimos fracturados para determinación de pérdida de aceite por impregnación debe realizarse de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y desarrollada como se describe a continuación:

- a. En la banda transportadora, a la salida del o de los equipos desfrutadores, contar el paso consecutivo de 10 tusas.
- b. Tomar y reservar la tusa número 10, asegurándose de que no contenga frutos adheridos; si los tiene, repetir el conteo.
- c. Reservar la fracción de tusa, acumulándola en un recipiente con tapa.
- d. Repetir el procedimiento (ítems 1-3) cada hora, durante el día de proceso.
- e. Tomar las fracciones de tusa (sin frutos adheridos) y cortar cada una de ellas en pedazos grandes (tres como mínimo), procurando que queden separadas las porciones apical, media y basal.
- f. Homogenizar las porciones de tusa. Realizar un cuarteo.
- g. Utilizando un cuchillo o hacha, cortar en pedazos pequeños las porciones de tusas que quedaron luego del cuarteo. Homogenizar y realizar otro cuarteo.
- h. Repetir el ítem anterior (7), realizando cuarteos sucesivos hasta obtener una muestra finamente picada de aproximadamente 200 gramos. Llevar la muestra al laboratorio para realizar el análisis de contenido de aceite.
- i. Llevar la cápsula al horno de resistencia a 105 °C hasta alcanzar un peso constante (aproximadamente seis horas). El uso del horno microondas es una alternativa práctica para el secado de las muestras; sin embargo, el ciclo de calentamiento aplicado debe ser evaluado periódicamente para retirar adecuadamente la humedad. (Ver Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción Soxhlet).
- m. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30 minutos, hasta que se enfríe completamente.
- n. Pesar en la balanza analítica la cápsula fría con la muestra seca. Registrar el peso en el formato respectivo.
- o. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. Si es así, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.
- p. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- q. Pesar en la balanza analítica un balón (matraz) de fondo plano limpio, seco y frío, que debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- r. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
- s. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
- t. Luego de este periodo iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar de nuevo el montaje del extractor, balón y condensador para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.

Procedimiento

- i. Pesar en una balanza analítica con aproximación al miligramo una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría; tomar el dato del peso cuando el mismo se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- j. Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel celulosa. Registrar en el formato respectivo.
- k. Añadir a la cápsula $10 \pm 0,2$ gramos de muestra. Pesar en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

- u. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
- v. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante unos 30 minutos. Pesar el

balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en tusa proveniente de racimos fracturados, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
i	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
j	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
k	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
n	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+M Seca
q	Peso balón vacío	gramos	Balón
v	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad de la tusa que se expresa como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en la tusa, expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

SSNA = Masa de sólidos secos no aceitosos en gramos

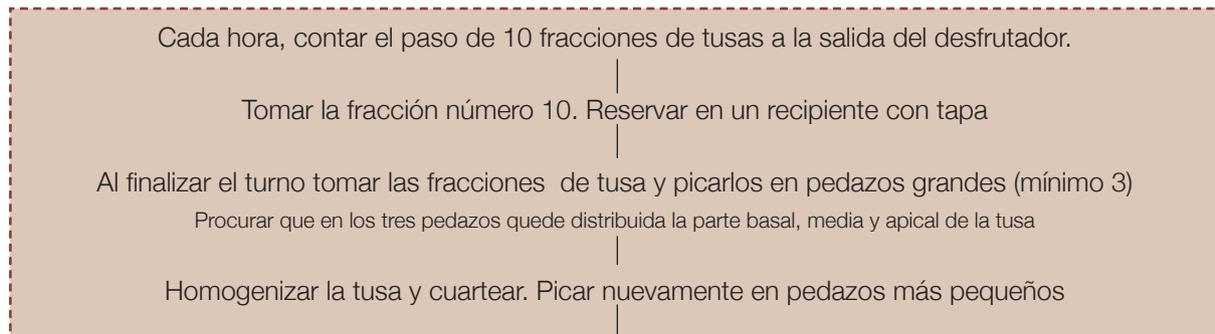
El contenido de sólidos secos no aceitosos en la tusa, expresado como porcentaje másico, con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo es igual a:

$$\% = \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} = \frac{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Aceite en tusas provenientes de fruto facturado

Balance de pérdidas de aceite

Muestreo





✍️ Pesar una cápsula vacía limpia y seca

✍️ Acondicionar en la cápsula papel celulosa (filtro). Pesar
El papel celulosa debe estar libre de humedad

✍️ Pesar $10 \pm 0,5$ g de tusa picada

Secar en Horno eléctrico ($103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por mínimo 6 horas

Se requiere verificar la curva de secado según instructivo (ver ítem 3.1.7). Si es necesario, secar por mas tiempo.

📄 Si se usa horno microondas se debe contar con la curva de secado correspondiente

✍️ Dejar enfriar en desecador por 30 minutos y pesar

💧 Se recomienda en este punto calcular el porcentaje de humedad a fin de constatar que no se cometieron errores

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)

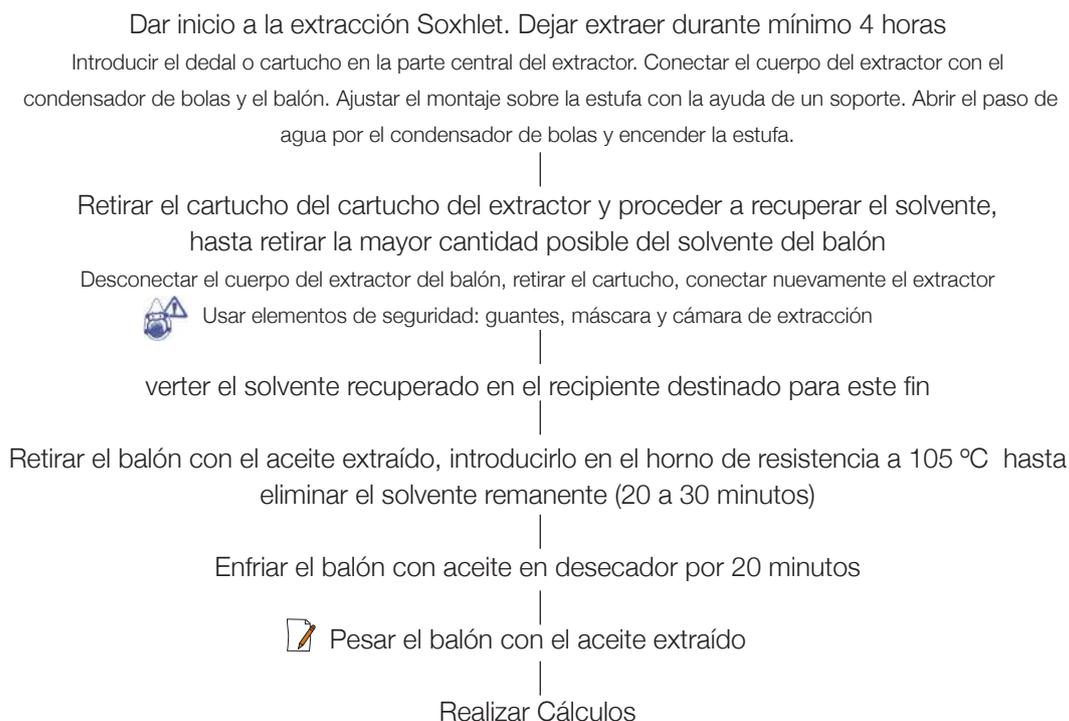
Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

✍️ Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío

Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

Llenar el balón con solvente a máximo 3/4 de su capacidad

Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente debe ser suficiente para hacer cifón



Ejemplo: Porcentaje de aceite en tusas provenientes de racimos fracturados

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	72,626
Peso Cápsula + papel (g)	76,812
Peso Muestra húmeda (g)	10,013
Peso Cápsula + muestra seca (g)	80,538
Peso Balón vacío (g)	105,262
Peso balón + aceite (g)	105,449

Contenido de aceite en la tusa

$$\text{Agua (g)} = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + \text{pap} + \text{alg})] = 10,013 - [80,538 - 76,812] = 6,287$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{6,287}{10,013} * 100 = 62,79\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón} = 105,262 - 105,449 = 0,187$$

$$\% \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} = \frac{\text{MHúmeda} - \text{Aceite} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{10,013 - 0,187 - 6,287}{10,013} * 100 = 35,34\%$$

$$\% \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Aceite}}{\text{MHúmeda} - \text{Aceite} - \text{Agua}} * 100 = \frac{0,187}{10,013 - 0,187 - 6,287} * 100 = 5,28\%$$

Figura 14. Diagrama de flujo evaluación de contenido de aceite en tusa (racimos modificados).

Contenido de aceite en frutos adheridos a tusa (CenML-S3-Pac3)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite en los frutos que quedan adheridos a las tusas, luego de la etapa de desfrutado (Figura 15). El muestreo de estos frutos es realizado de manera simultánea a la tusa para evaluación de pérdidas de aceite por impregnación.

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma.*
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio.*
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste.*
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Tusa:** parte del cuerpo estructural del racimo que soporta los frutos. Está compuesto por un eje central denominado pedúnculo, del cual se desprenden unas ramificaciones denominadas espigas. A ellas están adheridos los frutos y, por ende, es la parte de la tusa que mayor impregnación de aceite presenta.
- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (toneladas).

- **Frutos adheridos:** hace referencia a los frutos internos y externos que quedan adheridos a la tusa luego de realizarse el proceso de desfrutado, y que son de fácil remoción. No se consideran como frutos adheridos por mal desfrutado aquellos que se encuentran en tusas provenientes de racimos verdes y/o enfermos.
- **Racimo bien desfrutado:** se considera racimo bien desfrutado, aquel que no contenga frutos adheridos.
- **Racimo mal desfrutado normal:** se considera racimo mal desfrutado normal, aquel que contenga frutos adheridos de fácil remoción, asociados a condiciones del proceso (esterilización y desfrutación).
Es una práctica común en las plantas extractoras la recirculación de los racimos mal desfrutados a proceso, con el fin de remover los frutos adheridos remanentes. Se usa como criterio común recircular aquellos racimos mal desfrutados que contengan desde 25% (un cuarto de racimo) de frutos adheridos de fácil remoción.
- **Racimo mal desfrutado anormal:** se consideran racimos mal desfrutados anormales aquellos cuyos frutos adheridos son de difícil remoción, incluso luego de un segundo ciclo de esterilización, y están asociados a racimos verdes y/o enfermos.
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, son retirados los frutos adheridos a una muestra de tusa. De ellos se retira el mesocarpio y se somete a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de seis horas. El aceite extraído es separado del solvente. Posteriormente, se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Cuchillo o machete.

- Hacha.
- Balanza.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

Debido a la baja variabilidad que muestra el porcentaje de aceite en el mesocarpio, este análisis puede realizarse con frecuencia semanal. Sin embargo, la determinación del porcentaje de frutos adheridos/tusa debe ser realizada diariamente.

En la determinación se excluyen los frutos partenocárpicos puesto que no proporcionan aceite (para *E. guineensis*). Esta metodología no es aplicable a frutos provenientes de variedades híbridas.

El muestreo de tusas para fruto adherido puede realizarse una o dos veces por turno junto con el muestreo para determinación de impregnación de aceite en tusa. Y se desarrolla como se describe a continuación:

- En la banda transportadora, a la salida del o de los equipos desfrutadores, contar el paso de 100 tusas consecutivas. Durante el conteo, identificar aquellos racimos mal desfrutados normales. En el caso de que se realice la recirculación de racimos mal desfrutados, el conteo debe hacerse sobre la banda transportadora después del punto de reproceso.
- Separar los racimos identificados como mal desfrutados. Contarlos, pesarlos y registrar su peso en el formato respectivo.
- Retirar la totalidad de frutos adheridos, excluyendo los frutos partenocárpicos.
- Reservar los frutos separados para llevarlos al laboratorio y proceder a la determinación del contenido de aceite.

Procedimiento

- Pesar en una balanza analítica con aproximación al miligramo los frutos dispuestos en una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría; tomar el dato del peso cuando se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo. Si la cantidad de frutos adheridos es muy grande, homogenizar y cuartear la muestra hasta obtener una submuestra de aproximadamente 20 frutos.
- Con la ayuda de un cuchillo, separar totalmente el mesocarpio de las nueces en los frutos. De ser necesario, utilizar papel servilleta para limpiar del todo las nueces.
- Pesar en la balanza analítica las nueces obtenidas; tomar el dato del peso cuando se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en una balanza analítica con aproximación al miligramo; tomar el dato del peso cuando se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel celulosa. Registrar en el formato respectivo.
- Añadir a la cápsula $10 \pm 0,2$ gramos del mesocarpio retirado. Pesar en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
- Llevar la cápsula al horno de resistencia a 105 °C hasta alcanzar un peso constante (aproximadamente seis horas). El uso del horno microondas es una alternativa práctica para el secado de las muestras; sin embargo, el ciclo de calentamiento aplicado debe ser evaluado periódicamente con el fin de retirar adecuadamente la humedad. (Ver Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción Soxhlet).
- Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30 minutos, hasta que se enfríe completamente.
- Pesar la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
- Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. Si queda, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.

- o. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo cuidadosamente la muestra con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- p. Pesar en la balanza analítica un balón (matraz) de fondo plano, limpio, seco y frío, marcado con el código de la muestra, para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- q. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
- r. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro.
- s. Luego de este periodo, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho.
- Realizar de nuevo el montaje del extractor, el balón y el condensador para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
- t. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
- u. Retirado el solvente, enfriar el balón en desecador durante unos 30 minutos. Pesarse el balón en balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en frutos adheridos a tusa, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
b	Número de tusas mal desfrutadas	Unidad	NTmd
b	Peso de tusas mal desfrutadas	Kg	Tmd
e	Peso frutos adheridos totales	gramos	Fadh
g	Peso nueces	gramos	Nueces
h	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
i	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
j	Muestra húmeda mesocarpio	gramos	MHúmeda
m	Cápsula + muestra seca	gramos	Cap+MSecca
p	Balón vacío	gramos	Balón
u	Balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad del mesocarpio proveniente de frutos adheridos a la tusa es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Msecca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en frutos adheridos, expresado como un porcentaje másico con respecto a los frutos adheridos en la muestra de tusa es igual a:

$$\% \frac{\text{Aceite}}{\text{Frutos adheridos}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda}} * \frac{(\text{Fadh} - \text{Nueces})}{\text{Fadh}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

Fadh – Nueces = Corresponde a la masa en gramos de mesocarpio extraído de la muestra de frutos adheridos.

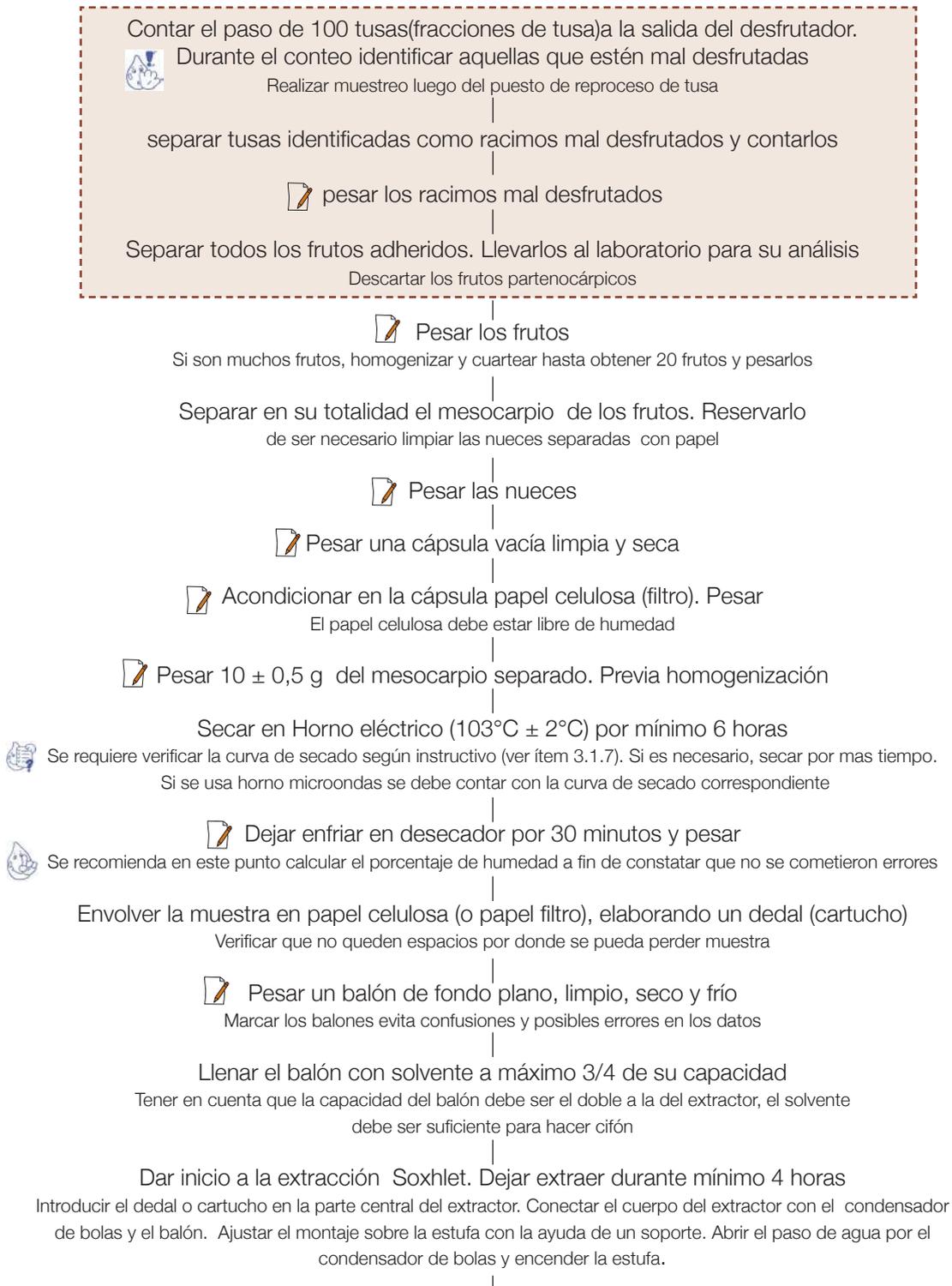
Por otra parte, el número de frutos adheridos puede expresarse como una relación con respecto al número de tusas totales del proceso como:

$$\% \frac{\text{Frutos adheridos}}{\text{tusa}} = \frac{Fadh}{Tmd} * Ntmd$$

Aceite en fruto adherido a tusa

Balance de pérdidas de aceite

Evaluación de porcentaje de fruto adherido en tusa



Retirar el cartucho del extractor y proceder a recuperar el solvente, hasta retirar la mayor cantidad posible del solvente del balón



Desconectar el cuerpo del extractor del balón, retirar el cartucho, conectar nuevamente el extractor

Usar elementos de seguridad: guantes, máscara y cámara de extracción

verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin

Retirar el balón con el aceite extraído, introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20 a 30 minutos)

Enfriar el balón con aceite en desecador por 20 minutos



Pesar el balón con el aceite extraído

Realizar Cálculos

Ejemplo: Contenido de aceite en el fruto adherido

Datos	
Número racimos mal desfrutados	5
Peso racimos mal desfrutadas (Kg)	8,66
Peso total frutos adheridos (g)	519,96
Peso submuestra frutos adheridos (g)	29,12
Peso de las nueces (g)	9,318
Peso cápsula vacía (g)	69,458
Peso Cápsula + papel (g)	70,628
Peso Muestra mesocarpio húmedo (g)	10,314
Peso Cápsula + muestra seca (g)	78,404
Peso Balón vacío (g)	112,968
Peso balón + aceite (g)	118,276

$$\text{Agua (g)} = M_{\text{Húmeda}} - [(Cap + M_{\text{seca}}) - (Cap + pap)] = 10,314 - [78,404 - 70,628] = 2,538$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{2,538}{10,314} * 100 = 24,60\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (\text{Balón} + Ac) - \text{Balón} = 118,276 - 112,968 = 5,308$$

$$\% \frac{\text{Aceite}}{\text{Frutos adheridos}} = \frac{Ac}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{(\text{Fadh} - \text{Nueces})}{Fadh} * 100 = \frac{5,308}{10,314} * \frac{(29,120 - 9,318)}{29,120} * 100 = 34,99\%$$

$$\% \frac{\text{Frutos adheridos}}{\text{tusa}} = \frac{Fadh}{\text{Racimos mal desfrutados (g)}} * \text{Número racimos mal desfrutados} = \frac{519,96}{8660} * 5 = 0,30\%$$

Figura 15. Diagrama de flujo para determinación del contenido de aceite en frutos adheridos a tusa.

Contenido de aceite en fibras

(GenML-S3-Pac4)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite impregnado en la fibra que sale de la prensa luego del proceso de extracción (Figura 16).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*.
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Fibra:** hace referencia al material residual del proceso de extracción del aceite proveniente del mesocarpio de los frutos.
- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (toneladas).
- **Polvillo:** hace referencia al material fibroso fino que queda como residuo del proceso de extracción. Este residuo contiene aproximadamente 40% de aceite; de ahí la importancia de incluirlo en el muestreo de la fibra.
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite.

Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de fibra de prensas es sometida a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de cuatro horas. El aceite extraído es separado del solvente. Posteriormente, se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa, de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica, con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

Al igual que otros análisis de pérdidas, el muestreo de la fibra es determinante en la calidad de los datos obtenidos. Es recomendable realizar análisis para cada prensa, con el fin de tener un control individual sobre la operación de cada una de ellas.

El muestreo de fibras se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- a. A la salida de cada una de las prensas, haciendo uso de los guantes, tomar una muestra de entre 100 y 300 gramos de torta de prensas. Esta porción debe corresponder a la suma de muestras tomadas en los dos extremos laterales de la salida de la prensa y la

parte central de la misma, con el fin de que la muestra obtenida contenga la variación existente por efecto de la gravedad y la diferencia de presión ejercida en diferentes puntos del cuerpo de la prensa.

- b. Depositar la muestra de torta en un recipiente con tapa.
- c. Repetir este procedimiento para cada una de las prensas en operación y cada hora durante el día de proceso, cuidando de mantener debidamente tapados los recipientes para evitar pérdidas de humedad.
- d. Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente la torta de prensas contenida en cada uno de los recipientes, prestando especial cuidado para evitar la separación del polvillo del resto de la muestra. Cuartear hasta obtener una muestra de aproximadamente 500 gramos.
- e. Llevar las muestras al laboratorio para realizar la determinación del contenido de aceite. Se recomienda marcar los recipientes en los que se almacenan y transportan las muestras, con el fin de evitar confusiones.

Procedimiento

- f. Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría, en la balanza analítica con aproximación al miligramo, tomar el dato del peso cuando éste se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- g. Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel filtro. Registrar en el formato respectivo.
- h. Verter la muestra de torta en una bandeja o superficie limpia, evitando perder el polvillo contenido en la fibra, homogenizar cuidadosamente y cuartear hasta obtener una pequeña porción de unos 50 gramos de fibra.
- i. Con la ayuda de una malla o tamiz, separar la totalidad del polvillo contenido en la muestra. Reservar el polvillo.
- j. De la porción gruesa de muestra (fibra) separar cuidadosamente nueces enteras, nueces rotas, cáscaras libres y almendras.
- k. Pesar en la cápsula $10 \pm 0,2$ gramos de muestra, mezclando de forma proporcional el polvillo y la fibra limpia*. Registrar el dato en el formato respectivo.
- l. Llevar la cápsula al horno de resistencia a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta alcanzar un peso constante (durante tres horas aproximadamente). El uso del horno microondas es una alternativa práctica para el secado de las muestras; sin embargo, el ciclo de calentamiento aplicado debe ser evaluado periódicamente con el fin de retirar adecuadamente la humedad. (Ver Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción Soxhlet).
- m. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30 minutos hasta que se enfríe completamente.
- n. Pesar la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
- o. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. En el caso de presentarse, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra.
- p. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- q. Pesar un balón (matraz) de fondo plano, limpio, seco y frío en la balanza analítica. El balón debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- r. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
- s. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
- t. Luego de este periodo, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar de nuevo el montaje del extractor, el balón y el condensador, para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
- u. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con

el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).

- v. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante 30 minutos aproximadamente. Pesarse el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

***Nota:** el polvillo contenido en la fibra presenta un porcentaje importante del total de aceite impregnado en la torta de prensas. Para la evaluación del contenido de aceite en fibras se recomienda que este tipo de material fino sea agregado en la muestra que se ha de evaluar, de manera proporcional junto con la fibra. Para ello se sugiere que cada planta de beneficio realice una evaluación previa de la distribución entre el polvillo y la fibra limpia, incluyendo en los ítems “h”, “i” y “j” las siguientes consideraciones:

- Luego de llevar la muestra de torta de prensas al laboratorio para su análisis, verter la muestra de torta en una bandeja o superficie limpia evitando, perder el polvillo contenido en la fibra; homogenizar cuidadosamente y cuartear. Pesarse una porción de 50 gramos de fibra.
- Con la ayuda de una malla o tamiz, separar la totalidad del polvillo contenido en la muestra. Pesarse el polvillo separado y reservarlo.

- De la porción gruesa de muestra (fibra), separar cuidadosamente nueces enteras, nueces rotas, cáscaras libres y almendras. Pesarse la fibra limpia.
- Determinar la relación porcentual entre la fibra limpia y el polvillo como:

$$\% \text{ Polvillo} = \frac{\text{Peso polvillo}}{\text{Peso polvillo} + \text{peso fibra limpia}} * 100$$

$$\% \text{ fibra limpia} = 100 - \% \text{ polvillo}$$

Este procedimiento debe realizarse durante mínimo un mes, para estimar el porcentaje de proporción polvillo/fibra promedio que podrá aplicar el laboratorio de la planta de beneficio durante el año en la realización del análisis de contenido de aceite en fibra.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en fibras, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
g	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
k	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
n	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+M Seca
q	Peso balón vacío	gramos	Balón
v	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad en la fibra es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(Cap + Mseca) - (Cap + p)]$$

El contenido de aceite en la fibra, expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

SSNA = Masa de sólidos secos no aceitosos en gramos

El contenido de sólidos secos no aceitosos en la fibra, expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, es igual a:

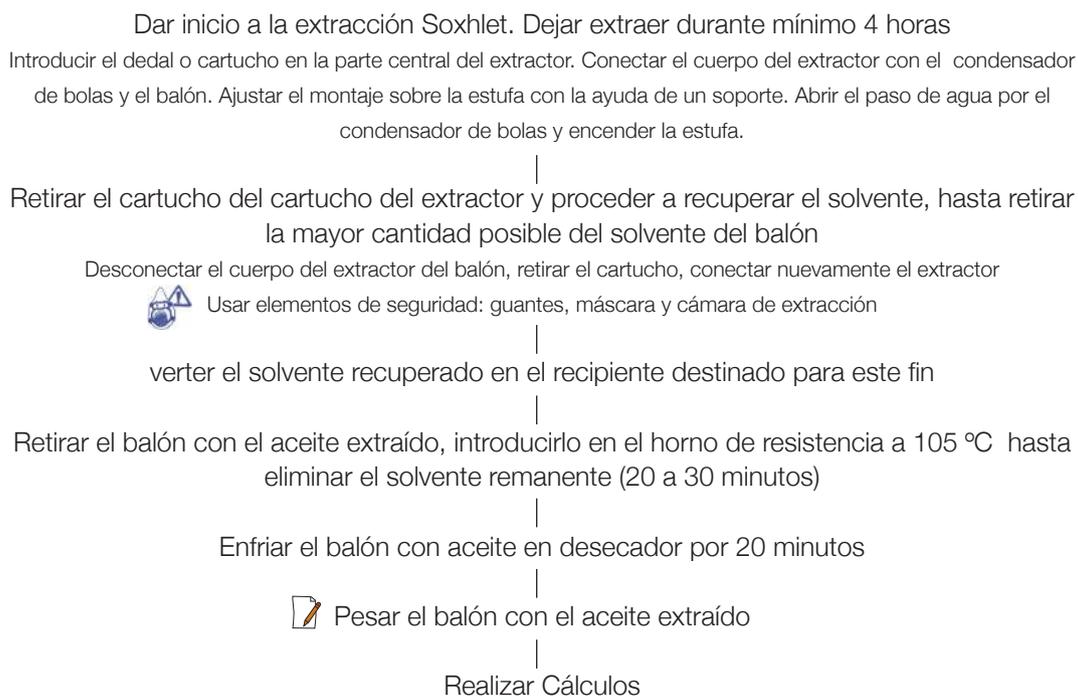
$$\% = \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} = \frac{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Aceite en fibras

Balance de perdidas de aceite

Muestreo





Ejemplo: Porcentaje aceite en fibras

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	77,852
Peso Cápsula + papel (g)	82,553
Peso Muestra húmeda (g)	10,112
Peso Cápsula + muestra seca (g)	85,680
Peso Balón vacío (g)	152,626
Peso balón + aceite (g)	153,057

$$\text{Agua (g)} = M_{\text{Húmeda}} - [(C_{\text{ap}} + M_{\text{seca}}) - (C_{\text{ap}} + p_{\text{ap}})] = 10,112 - [85,680 - 82,553] = 3,127$$

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{3,127}{10,112} * 100 = 30,92\%$$

$$\text{Aceite (g)} = (B_{\text{alón}} + A_{\text{c}}) - B_{\text{alón}} = 153,057 - 152,626 = 0,431$$

$$\% \frac{SSNA}{M_{\text{Húmeda}}} = \frac{M_{\text{Húmeda}} - \text{Aceite} - \text{Agua}}{M_{\text{Húmeda}}} * 100 = \frac{10,112 - 0,431 - 3,127}{10,112} * 100 = 64,81\%$$

$$\% \frac{\text{Aceite}}{SSNA} = \frac{\text{Aceite}}{M_{\text{Húmeda}} - \text{Aceite} - \text{Agua}} * 100 = \frac{0,431}{10,112 - 0,431 - 3,127} * 100 = 6,57\%$$

Figura 16. Diagrama de flujo para determinación de contenido de aceite en fibras.

Contenido de aceite en condensados de esterilización, lodos provenientes de centrifugas y efluentes totales

(CenML-S3-Pac5)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite en los flujos de condensados de esterilización, lodos provenientes de centrifugas y efluentes totales en el proceso de extracción (Figura 17).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*.
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Condensados:** hace referencia al líquido producido por la condensación del vapor durante el proceso de esterilización.
- **Lodos:** se refiere al residuo líquido remanente, luego del tratamiento por centrifugación, de los lodos provenientes del clarificador.
- **Efluentes:** hace referencia al flujo de descarga final de líquido proveniente de la mezcla de

los condensados y los lodos de centrifugas y posterior al proceso de recuperación de aceite en los tanques florentinos.

- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (toneladas).
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, una muestra de efluente se seca y se somete a extracción con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de cuatro horas. El aceite extraído se separa del solvente. Posteriormente se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipientes metálicos o de vidrio con tapa, con capacidad suficiente para acumular 3 litros de muestra.
- Recipientes metálicos toma muestra.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica, con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Probeta.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa previamente tarado.
- Algodón.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

Si bien en la determinación del balance general de pérdidas de aceite se calculan las pérdidas totales en efluentes, la evaluación de pérdidas en condensados y lodos constituye una herramienta valiosa

para identificar focos de pérdida en el proceso. De esta manera, el porcentaje total de pérdidas de aceite en efluentes totales (descarga final) es igual a la sumatoria del aceite en condensados, en lodos provenientes de centrífugas y en aguas de lavado, menos el aceite recuperado en florentinos.

Debido a la naturaleza líquida de las muestras y los rangos de concentración de aceite en ellas, su manipulación inadecuada durante el muestreo y posterior análisis puede adicionar un error considerable en los datos reportados. Se recomienda especial rigurosidad en el análisis de este tipo de muestras.

El muestreo de condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluentes totales se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora. La muestra de condensados de esterilización se toma en el canal que colecta el efluente proveniente del o los esterilizadores.

Las muestras de lodo proveniente de centrífugas deben ser colectadas a la salida del separador centrífugo y analizadas de forma independiente para cada equipo, con el fin de evaluar de manera individual el desempeño de cada uno de ellos.

La muestra de efluente total debe ser tomada del flujo final de efluente enviado hacia las piscinas de oxidación, luego de los florentinos.

Según la configuración de cada planta de beneficio, se recomienda realizar el muestreo preferiblemente en el flujo directo de salida del efluente. Si el muestreo se realiza en tanques, se debe garantizar una homogenización previa, para evitar posibles separaciones del aceite. Los recipientes con los cuales se toma la muestra deben ser debidamente purgados cada vez que sean utilizados.

La metodología de muestreo se desarrolla como se describe a continuación:

- a. Con la ayuda de un recipiente, tomar un volumen aproximado de 100 ml de efluente a la salida de cada equipo. Verter esta muestra en el recipiente metálico o de vidrio (con tapa) destinado para tal fin.
- b. Repetir este procedimiento cada hora durante un día de proceso. Se recomienda contar con un recipiente de toma de muestra individual para cada punto de muestreo.

Procedimiento

- c. Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en la balanza analítica con aproximación al miligramo, tomar el dato del peso

cuando éste se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.

- d. Pesar nuevamente la cápsula junto con el papel filtro y el algodón. Este último debe ser suficiente para absorber la muestra y evitar que se adhiera a la superficie de la cápsula. Registrar en el formato respectivo.
- e. Al finalizar el turno designado, llevar los recipientes con las muestras de efluentes al horno de resistencia a 105 °C hasta alcanzar una temperatura aproximada de 80 °C.
- f. Homogenizar la muestra, agitando cuidadosamente mediante el volteo consecutivo del recipiente.
- g. En una probeta limpia y seca, medir cuidadosamente el volumen especificado según el tipo de muestra: para condensados y efluentes totales medir 50 ml y para muestras de lodos provenientes de centrífugas medir 30 ml. Registrar el volumen en el formato respectivo.
- h. Verter cuidadosamente en la cápsula el volumen de muestra medido en la probeta. Asegurarse de que todo el volumen sea vertido sobre el algodón absorbente, limpiando el interior de la probeta con papel celulosa previamente tarado y pesado, y añadiendo dicha porción de papel a la cápsula. Registrar el peso en el formato respectivo.
- i. Llevar la cápsula al horno de resistencia a 105 °C, hasta alcanzar un peso constante (seis horas aproximadamente). El uso del horno microondas es una alternativa práctica para el secado de las muestras; sin embargo, el ciclo de calentamiento aplicado debe ser evaluado periódicamente con el fin de retirar adecuadamente la humedad (Ver Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción Soxhlet).
- j. Sacar la muestra del horno y llevarla al desecador por 30 minutos hasta que se enfríe completamente.
- k. Pesar la cápsula fría con la muestra seca en la balanza analítica. Registrar en el formato respectivo.
- l. Separar cuidadosamente la muestra de la cápsula. Verificar que no quede parte de la muestra adherida a la cápsula. En el caso de presentarse, utilizar una porción adicional de papel, limpiar completamente la cápsula y depositar este papel con la muestra. El papel adicional debe ser pesado previamente.

- m. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- n. Pesarse un balón (matraz) de fondo plano limpio, seco y frío en la balanza analítica. El balón debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- o. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
- p. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
- q. Luego de transcurrido ese lapso, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar cuidadosamente el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar nuevamente el montaje del extractor, el balón y el condensador para iniciar la recuperación del solvente y obtención final del aceite.
- r. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a 105 °C hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
- s. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante 30 minutos aproximadamente. Pesarse el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en condensados de esterilización y lodos provenientes de centrifugas, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
c	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
d	Peso cápsula + papel	gramos	Cap+p
g	Volumen muestra húmeda	mililitros	VMHum
h	Peso muestra húmeda	gramos	MHúmeda
k	Peso cápsula + muestra seca	gramos	Cap+MSeca
n	Peso balón vacío	gramos	Balón
s	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

Expresión de los resultados

El contenido de humedad se expresa como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Mseca}) - (\text{Cap} + p)]$$

El contenido de aceite en los efluentes líquidos, expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{Ac}}{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

SSNA = Masa de sólidos secos no aceitosos en gramos

El contenido de sólidos secos no aceitosos en los efluentes líquidos, expresado como porcentaje másico, con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo es igual a:

$$\% = \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} = \frac{\text{MHúmeda} - \text{Ac} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Para fines de la determinación de la pérdida de aceite con respecto a la cantidad de RFF procesada, se requiere el cálculo de la densidad del efluente como:

$$\text{Densidad efluente} = \left(\frac{g}{ML} \right) = \frac{MHúmeda}{VMHúmeda}$$

El contenido de aceite en los efluentes también puede ser expresado como una relación del peso a volumen entre el aceite extraído y el volumen inicial de la muestra húmeda de ensayo. Es igual a:

$$\frac{g \text{ aceite}}{L \text{ efluente}} = \frac{Ac}{VMHúmeda}$$

Aceite en condensados y lodos de centrífugas

Balance de perdidas de aceite

Muestreo

Tomar un volumen de 100 mL cada hora durante un día de proceso en cada punto de muestreo de efluentes señalado

Usar un recipiente metálico o de vidrio con tapa debidamente marcado para acumular la muestra en cada punto designado

Al final del turno calentar (60°C - 70°C) y agitar suavemente al momento de pesar la muestra para analizar

 Pesar una cápsula vacía limpia y seca

 Acondicionar en la cápsula papel celulosa (filtro) más una porción de algodón. Pesar  Tanto el algodón, como el papel deben estar libres de humedad

Utilizando una probeta medir:
50 mL de muestra para condensados y efluentes totales
30 mL de muestra para lodos de centrífugas

 Verter totalmente el volumen de muestra medido en la cápsula. Pesar distribuir el líquido en el algodón hasta empapararlo, con ello se evita pérdida de muestra y se facilita el secado

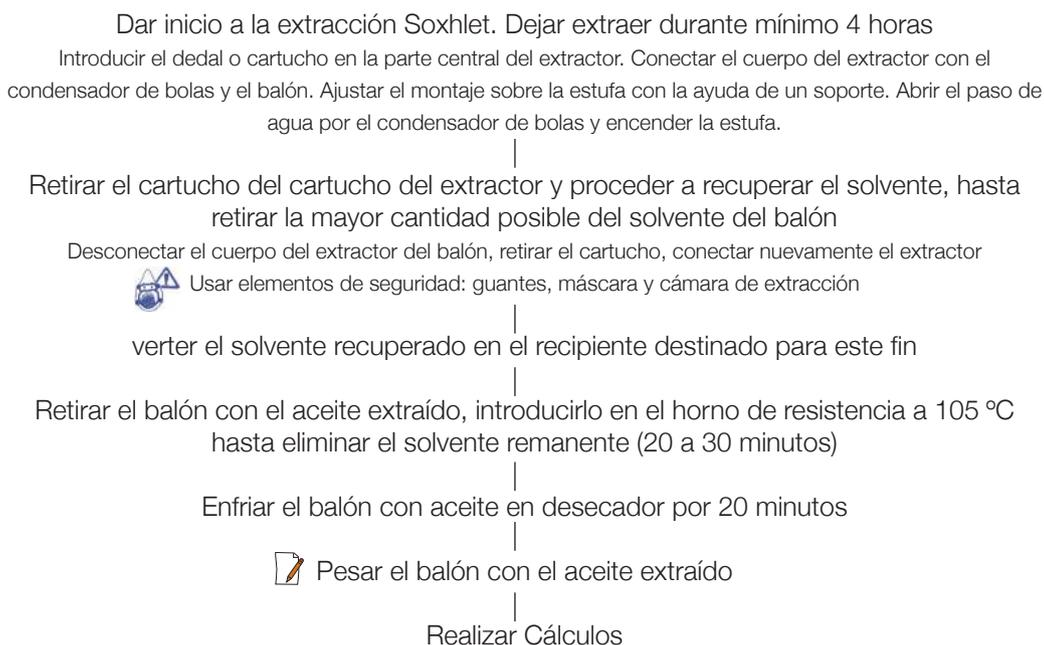
 Secar en Horno eléctrico (103°C ± 2°C) por mínimo 6 horas
Se requiere verificar la curva de secado según instructivo en Anexo 6. Si es necesario, secar por mas tiempo. Si se usa horno microondas se debe contar con la curva de secado correspondiente

 Dejar enfriar en desecador por 30 minutos y pesar  Se recomienda en este punto calcular el porcentaje de humedad a fin de constatar que no se cometieron errores

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)
Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

 Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío
Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

Llenar el balón con solvente a máximo 3/4 de su capacidad
Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente debe ser suficiente para hacer cifón

**Ejemplo: Contenido de aceite en efluentes (condensados)**

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	68,826
Peso Cápsula + papel + algodón (g)	77,297
Volúmen de muestra (mL)	50
Peso Muestra húmeda (g)	51,133
Peso Cápsula + muestra seca (g)	80,168
Peso Balón vacío (g)	108,171
Peso balón + aceite (g)	108,501

$Agua (g) = MHúmeda - [(Cap + Mseca) - (Cap + pap + alg)] = 51,133 - [80,168 - 77,297] = 48,525$

$$\% Humedad = \frac{Agua}{MHúmeda} * 100 = \frac{48,525}{51,133} * 100 = 94,89\%$$

$Aceite (g) = (Balón + Ac) - Balón = 108,501 - 108,171 = 0,330$

$$\% \frac{SSNA}{MHúmeda} = \frac{MHúmeda - Aceite - Agua}{MHúmeda} * 100 = \frac{51,133 - 0,330 - 48,525}{51,133} * 100 = 4,45\%$$

$$\% \frac{Aceite}{SSNA} = \frac{Aceite}{MHúmeda - Aceite - Agua} * 100 = \frac{0,330}{51,133 - 0,330 - 48,525} * 100 = 14,48\%$$

Otra forma comúnmente utilizada para reportar las pérdidas de aceite en efluentes es en gramos/Litro:

$$\frac{g \text{ aceite}}{L \text{ efluente}} = \frac{Ac}{VMHúmeda} = \frac{0,330}{50} * 1000 = 6,6 \text{ g/L}$$

Figura 17. Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de aceite en condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluentes totales.

Contenido de aceite en nueces

(GenML-S3-Pac6)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de aceite impregnado en las cáscaras o superficie de las nueces, luego de la separación neumática de la fibra (Figura 18).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma, documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*. Informe de labores 2002.
- Cenipalma, documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*. Informe de labores 2004.
- Cenipalma, documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*. Informe de Labores. 2004
- PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplican las siguientes definiciones:

- **Nuez:** hace referencia a las semillas del fruto de palma.
- **RFF:** hace referencia a los racimos de fruta fresca que ingresan al proceso. Se reporta en unidades de peso (toneladas).
- **Sólidos secos no aceitosos:** es el contenido en la muestra de sólidos sin agua y sin aceite. Se obtiene restando el peso de agua y aceite del peso inicial de una muestra húmeda.

Principio

En la prueba, las nueces se secan y rompen. Las cáscaras son separadas y sometidas a extracción

con solvente (hexano o éter de petróleo) mediante sistema soxhlet, durante un tiempo mínimo de cuatro horas. El aceite extraído es separado del solvente. Posteriormente se pesa.

Reactivos

- Solvente: hexano o éter de petróleo.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.

Para procedimiento:

- Balanza analítica con una exactitud de 0,001 g.
- Horno de secamiento con capacidad de operar a 105 °C.
- Desecadores que contengan suficiente desecante.
- Cápsula de porcelana.
- Matraz o balón de fondo plano con capacidad mínima de 250 ml.
- Extractor soxhlet con volumen nominal de 100 ml para balones de 250 ml.
- Refrigerador de bolas.
- Papel celulosa.
- Pinzas para cápsula.
- Pinzas para balón.

Muestreo

El muestreo de nueces se realiza de forma acumulativa, cada hora, durante un día de proceso. Puede aprovecharse para ser realizado de manera simultánea con el muestreo para la evaluación de pérdida de aceite en fibra. Se desarrolla como se describe a continuación:

- a. A la salida de cada una de las prensas, haciendo uso de los guantes, tomar una muestra de aproximadamente 300 gramos de torta de prensas. Esta porción deberá corresponder a la suma de muestras tomadas en los dos extremos laterales de la salida de la prensa y la parte central de la misma, con el fin de que la muestra obtenida contenga la variación existente por efecto de la gravedad y la diferencia de presión ejercida en diferentes puntos del cuerpo de la prensa.
- b. Depositar la muestra de torta en un recipiente con tapa.
- c. Repetir este procedimiento para cada una de las prensas en operación y cada hora durante

- el día de proceso, cuidando de mantener debidamente tapados los recipientes con el fin de evitar pérdidas de humedad.
- d. Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente la torta de prensas contenida en cada uno de los recipientes, prestando especial cuidado en evitar separar el polvillo del resto de la muestra. Cuartear hasta obtener una muestra de aproximadamente 500 gramos.
 - e. Llevar las muestras al laboratorio para realizar la determinación del contenido de aceite. Para evitar confusiones, se recomienda marcar los recipientes en los que se almacenan y transportan las muestras.

Procedimiento

- f. Pesar una cápsula de porcelana vacía, limpia, seca y fría en la balanza analítica con aproximación al miligramo, tomar el dato del peso cuando el mismo se encuentre estable. Registrar en el formato respectivo.
- g. Verter la muestra de torta en una bandeja o superficie limpia. Separar y pesar en una balanza analítica 30 gramos de nueces enteras sin fisuras. Registrar el peso en el formato.
- h. Llevar la cápsula con las nueces al horno de resistencia a $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta obtener un peso estable (aproximadamente tres horas).
- i. Al finalizar el secado, sacar la muestra del horno e introducirla en el desecador por alrededor de 30 minutos, hasta que se enfríe.
- j. Pesar la cápsula con la muestra seca. Registrar el valor en el formato.
- k. Romper cuidadosamente las nueces secas de forma tal que no se contaminen las cáscaras con aceite de palmiste. Separar las cáscaras, las cuales no deben tener fracciones de almendras adheridas.
- l. Pesar el total de cáscaras separadas y registrar en el formato respectivo.
- m. Pesar en la cápsula con papel celulosa $10 \pm 0,2$ gramos del cuesco seco proveniente de las nueces. Registrar el peso en el formato respectivo.
- n. Elaborar un dedal o cartucho, envolviendo la muestra cuidadosamente con el papel celulosa. Cerrar bien los extremos del dedal.
- o. Pesar un balón (matraz) de fondo plano limpio, seco y frío en la balanza analítica. El balón debe estar marcado con el código de la muestra para evitar errores. Registrar el valor del peso en el formato respectivo.
- p. Agregar aproximadamente 150 ml de solvente al balón. Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte. Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa para dar inicio a la extracción.
- q. Mantener el proceso de extracción hasta una hora después de que el solvente contenido en la parte central del extractor esté completamente incoloro. Esto sucede en un tiempo aproximado de cuatro horas.
- r. Luego de transcurrido ese lapso, iniciar el desmontaje de la muestra. Retirar con cuidado el balón del extractor. Separar el condensador de bolas del extractor. Retirar el cartucho. Realizar de nuevo el montaje del extractor, el balón y el condensador, para iniciar la recuperación del solvente y la obtención final del aceite.
- s. Continuar con el procedimiento hasta que se haya separado la mayor parte del solvente del balón. Separar el extractor del balón y verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin. Retirar el balón con el aceite extraído e introducirlo en el horno de resistencia a $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ hasta eliminar el solvente remanente (20-30 minutos).
- t. Retirado el solvente, enfriar el balón en el desecador durante unos 30 minutos. Pesar el balón en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de aceite en nueces, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura. (Página siguiente).

Expresión de los resultados

El contenido de humedad de las nueces es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra húmeda de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Humedad} = \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Agua}(g) = \text{MHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Nsec}) - \text{Cap}]$$

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso cápsula vacía	gramos	Cap
g	Peso nueces húmedas	gramos	NHúmeda
j	Peso cápsula + nueces secas	gramos	Cap + NSec
l	Peso cáscaras totales	gramos	CáscT
m	Peso submuestra cáscaras para extracción	gramos	Cext
o	Peso balón vacío	gramos	Balón
t	Peso balón + aceite	gramos	Balón + Ac

El aceite impregnado en las nueces, expresado como un porcentaje másico con respecto a la muestra húmeda de nueces, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{Nueces Húmedas}} = \frac{\text{AcTotal}}{\text{NHúmeda}} * 100$$

Donde:

$$\text{Ac} = (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón}$$

El aceite impregnado en las nueces, expresado como un porcentaje másico con respecto al con-

tenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra, es igual a:

$$\text{AcTotal} = \frac{\text{Ac} * \text{CáscT}}{\text{Cext}}$$

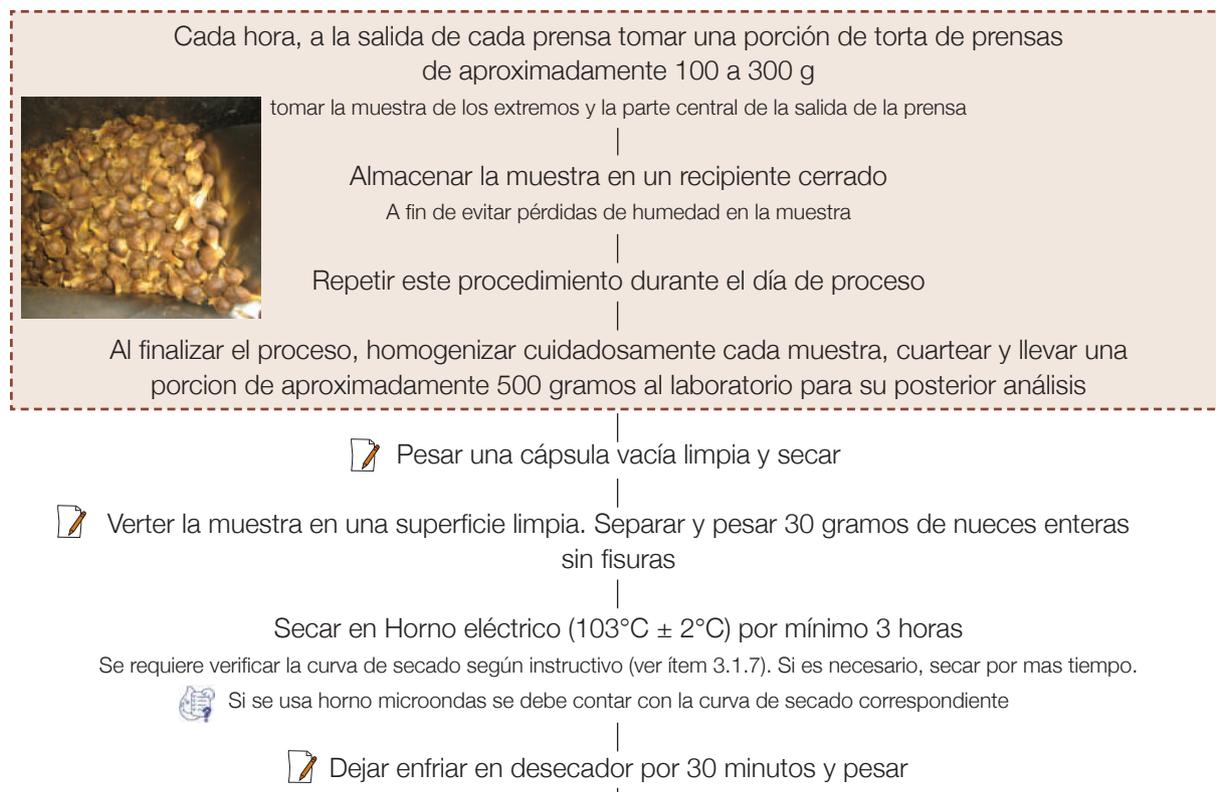
El aceite impregnado en las nueces, expresado como un porcentaje másico con respecto al contenido de sólidos secos no aceitosos presentes en la muestra, es igual a:

$$\% = \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} = \frac{\text{AcTotal}}{\text{NHúmeda} - \text{AcTotal} - \text{Agua}} * 100$$

Aceite en nueces

Balance de perdidas de aceite

Muestreo



Romper cuidadosamente las nueces, evitando dejar fracciones de almendra adheridas a las cáscaras y/o contaminaciones con aceite de palmiste

 Pesar $10 \pm 0,5$ gramos de las cáscaras separadas. Registrar en el formato respectivo

Envolver la muestra en papel celulosa (o papel filtro), elaborando un dedal (cartucho)

Verificar que no queden espacios por donde se pueda perder muestra

 Pesar un balón de fondo plano, limpio, seco y frío

 Marcar los balones evita confusiones y posibles errores en los datos

Llenar el balón con solvente a máximo 3/4 de su capacidad

Tener en cuenta que la capacidad del balón debe ser el doble a la del extractor, el solvente debe ser suficiente para hacer cifón

Dar inicio a la extracción Soxhlet. Dejar extraer durante mínimo 4 horas

Introducir el dedal o cartucho en la parte central del extractor. Conectar el cuerpo del extractor con el condensador de bolas y el balón. Ajustar el montaje sobre la estufa con la ayuda de un soporte.

Abrir el paso de agua por el condensador de bolas y encender la estufa.

Retirar el cartucho del extractor y proceder a recuperar el solvente, hasta retirar la mayor cantidad posible del solvente del balón

Desconectar el cuerpo del extractor del balón, retirar el cartucho, conectar nuevamente el extractor

 Usar elementos de seguridad: guantes, máscara y cámara de extracción

verter el solvente recuperado en el recipiente destinado para este fin

Retirar el balón con el aceite extraído, introducirlo en el horno de resistencia a 105°C hasta eliminar el solvente remanente (20 a 30 minutos)

Enfriar el balón con aceite en desecador por 20 minutos

 Pesar el balón con el aceite extraído

Realizar Cálculos

Ejemplo: Porcentaje aceite en nueces

Datos	
Peso cápsula vacía (g)	91,387
Peso nueces (g)	30,003
Peso Cápsula + nueces secas (g)	117,020
Peso cáscara seca separada (g)	11,753
peso submuestra de cáscara para extracción (g)	10,017
Peso Balón vacío (g)	103,921
Peso balón + aceite (g)	104,041

$$\begin{aligned}
 \text{Agua (g)} &= \text{NHúmeda} - [(\text{Cap} + \text{Nseca}) - \text{Cap}] = 30,003 - [117,2 - 91,387] = 4,370 \\
 \% \text{ Humedad} &= \frac{\text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{4,370}{30,003} * 100 = 14,56\% \\
 \text{Aceite (g)} &= (\text{Balón} + \text{Ac}) - \text{Balón} = 104,041 - 103,921 = 0,119 \\
 \text{AcTotal} &= \frac{\text{Ac} * \text{CáscT}}{\text{Cext}} = \frac{0,119 * 11,753}{10,017} = 0,140 \\
 \% &= \frac{\text{Aceite}}{\text{Nueces Húmedas}} = \frac{\text{AcTotal}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{0,140}{30,003} * 100 = 0,47\% \\
 \% \frac{\text{SSNA}}{\text{MHúmeda}} &= \frac{\text{NHum} - \text{AcTotal} - \text{Agua}}{\text{MHúmeda}} * 100 = \frac{30,003 - 0,140 - 4,370}{30,003} * 100 = 84,97\% \\
 \% \frac{\text{Aceite}}{\text{SSNA}} &= \frac{\text{AcTotal}}{\text{MHúmeda} - \text{AcTotal} - \text{Agua}} * 100 = \frac{0,140}{30,003 - 0,140 - 4,370} * 100 = 0,55\%
 \end{aligned}$$

Figura 18. Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de aceite en nueces.

Recomendaciones técnicas para el secado en hornos de resistencia, hornos microondas y para el uso de sistemas de extracción soxhlet

Secado en hornos de resistencia y hornos microondas

El secado es parte fundamental en los métodos de determinación de contenidos de aceite. Normalmente en los laboratorios de las plantas de beneficio se utilizan hornos eléctricos calibrados a $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Se requiere que en los ensayos las muestras estén totalmente secas; es decir, llevadas hasta peso constante.

El tiempo requerido para el secado total de las diferentes muestras depende directamente de las características y del contenido de humedad de las mismas. Sin embargo, dado que las condiciones generales en una planta de beneficio se mantienen, es posible establecer tiempos de secado para cada tipo de muestras (secas y húmedas) mediante la realización periódica de curvas de peso.

El uso del horno microondas para el secado

de las muestras constituye una alternativa que facilita las labores del analista, porque disminuye notablemente los tiempos de los ensayos. Dado que estos equipos no están originalmente diseñados para este tipo de aplicación, su tiempo de vida útil es corto, comparado con los hornos eléctricos, y requieren que la verificación de los ciclos de secado aplicados se haga con mayor frecuencia.

A continuación se describe la metodología para la elaboración de una curva de secado en horno eléctrico y/u horno microondas. Cabe aclarar que al momento de realizar la curva para el horno microondas es necesario evaluar una contra-muestra en el horno eléctrico:

1. Tomar una muestra (sólida o líquida) y pesar en una cápsula de porcelana la cantidad que se ha de analizar.
2. Introducir la muestra en el horno y aplicarle el ciclo de secado normalmente utilizado. Registrar la potencia y el tiempo aplicados.

Nota: de acuerdo con las características del laboratorio se secan en el horno una o varias muestras de forma simultánea. La evaluación de las curvas debe realizarse con el mismo número de muestras usado normalmente.

3. Luego de finalizado el ciclo, dejar enfriar totalmente la muestra en el desecador. Pesarse en la balanza analítica.
4. Aplicar un tiempo adicional de secado a mediana potencia por un tiempo máximo de cinco minutos (horno microondas) o de máximo 30 minutos (horno eléctrico). Al finalizar, retirar, dejar enfriar y pesar nuevamente. Consignar el dato respectivo.
5. Repetir el inciso anterior. De tal manera se generan tres datos de peso de la muestra seca.
6. Calcular las diferencias entre peso 1 y peso 2. Luego entre peso 2 y peso 3. Si las mismas son $\leq 0,03$ gramos (30 miligramos), el ciclo de secado aplicado es aceptable.
7. Si las diferencias entre los datos de peso son mayores de 0,03 gramos, se debe dar a la muestra un tiempo extra de secado, con el objetivo de garantizar secado hasta peso constante.
8. Comparar el dato de humedad total obtenida con la reportada en la muestra de referencia secada en el horno eléctrico.
9. De acuerdo con los resultados arrojados en la prueba, ajustar el tiempo o ciclo de secado.

Cuando se secan muestras líquidas en el horno microondas, se debe prestar especial atención para evitar salpicaduras y pérdida de muestra. Ello se logra cubriendo inicialmente la muestra con una porción de papel celulosa o realizando un presecado en el horno eléctrico.

Secado o “tara” del papel para el montaje de cartuchos en metodologías para la extracción de aceite

Cuando en un solo montaje de extracción tipo Soxhlet se analizan varias muestras, el porcentaje de aceite se calcula a partir de la diferencia en el peso del cartucho antes y después de la extracción. El papel utilizado durante los análisis para la determinación de pérdidas de aceite absorbe naturalmente humedad cuando está expuesto al medio, máxime cuando la humedad relativa en el ambiente del laboratorio es alta.

La tara del papel consiste en llevarlo inicialmente a las mismas condiciones que tendrá al final del análisis, luego de la extracción y la eliminación del solvente remanente mediante secado en el horno.

A continuación se presenta a manera de ejemplo una prueba realizada para estimar las posibles diferencias de pesos al omitir esta etapa del procedimiento:

Se evaluaron seis montajes sin muestra (balón, cartucho), de los cuales tres se tararon y tres no; se sometieron al proceso de secado y extracción normal, dando en la tara el mismo tiempo de secado y enfriado al inicio y al final del análisis.

La Tabla 4 muestra diferencias de peso promedio de 127 miligramos en el peso antes y después de la extracción para el papel sin tarar, mientras que la diferencia en el que se taró fue de 3 miligramos. Con lo anterior se concluye que de emplearse la metodología alternativa propuesta (montajes múltiples), es indispensable esta etapa del procedimiento.

Tabla 4. Diferencias de peso antes y después de la extracción por Soxhlet con cartuchos sometidos a tara inicial

	Tara 1	Tara 2	Tara 3	Sin tara 1	Sin tara 2	Sin tara 3
Peso antes de tara (g)	3.811	3.885	3.682	3.918	3.526	3.755
Peso después de tara (g)	3.676	3.705	3.532			
Peso luego de extracción (g)	3.666	3.7	3.539	3.778	3.407	3.634
Diferencia de peso por tara (g)	0,135	0,180	0,150			
Diferencia de peso por extracción (g)	0,010	0,005	-0,007	0,140	0,119	0,121
Diferencia promedio	0,003			0,127		

Recomendaciones para el uso del extractor soxhlet en la determinación del contenido de aceite

En los laboratorios de las plantas de beneficio primario, el sistema de extracción tipo soxhlet consta de varios elementos, los cuales cumplen funciones específicas para lograr la extracción del contenido de aceite de una muestra mediante un lavado continuo con solvente.

La Figura 19 muestra las partes de las que se compone un montaje de sistema de extracción tipo soxhlet, a saber: condensador de bolas, cuerpo del extractor, balón de fondo plano y plancha de calentamiento.

A manera de ejemplo, un extractor de tamaño pequeño contiene los siguientes elementos:

- 1 matraz (balón) fondo plano de 250 ml NS 29/32.
- 1 extractor de 100 ml volumen nominal.
- 1 condensador de 4 bolas según Allihn.

En un sistema como este, la cantidad de solvente a utilizar es de aproximadamente 150 ml (alrededor de $\frac{3}{4}$ partes del volumen total del balón), con el fin de garantizar el llenado total del cuerpo del extractor para lograr el efecto sifón. Asimismo, se recomienda que en el sistema soxhlet el volumen del balón sea el doble del que tiene el extractor.

Por lo general en este tipo de montajes se ubica una única muestra en el extractor, y el contenido de aceite se determina pesando el aceite recuperado en el balón. Sin embargo, pueden usarse extractores de mayor capacidad para el análisis

simultáneo de dos o más muestras. En este caso, la determinación del contenido de aceite se hace pesando el cartucho (muestra) antes y después de la extracción. Cabe anotar que bajo esta última forma, se requiere especial atención en la calidad y el tratamiento del papel celulosa utilizado para la elaboración de los cartuchos.

El uso de extractores de pequeña, mediana o gran capacidad dependerá de las características propias de cada laboratorio y del número de análisis diarios realizados.

Si se dispone de un número limitado de extractores de baja capacidad para un número elevado de muestras por analizar, se sugiere agilizar la extracción del aceite en las muestras que están en espera, colocando los cartuchos (con la muestra seca) en un recipiente de vidrio con 100 ml de solvente. Las muestras permanecerán en remojo mientras se realiza la extracción de la primera co-chada.

Luego, cuando estén nuevamente disponibles los extractores, el cartucho y el solvente se traspasan al cuerpo del extractor. Es necesario hacer un enjuague adicional con solvente a los recipientes, con el propósito de retirar todo el aceite desprendido por la muestra durante el tiempo de espera.

Un adecuado mantenimiento a los elementos del sistema de extracción soxhlet, tales como condensadores, uniones, mangueras, planchas y soportes, evitarán pérdidas excesivas de solvente durante la extracción y disminuirá los riesgos de contaminación con vapores en el laboratorio.

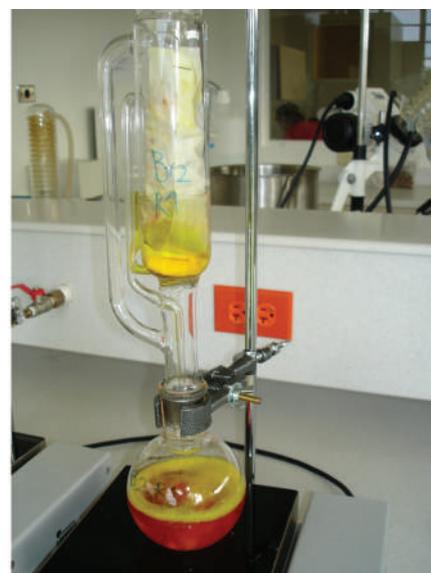


Figura 19. Sistema de extracción tipo soxhlet.

Determinación de pérdidas de almendra

Contenido de almendra en fibras (CenML-S3-Pal1)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de almendras en la fibra a la salida de los sistemas de separación neumática de fibra y nueces (Figura 20).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*.
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*.
- Cenipalma. 2004. Manual de laboratorio para el control de pérdidas en el proceso de recuperación de almendra. (Documento en edición).
- Porim. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Fibra ciclónica:** hace referencia al material residual del proceso de extracción del aceite, proveniente del mesocarpio de los frutos y captado a la salida del sistema de separación neumática de fibra y nueces.

- **Almendras libres:** hace referencia a las almendras generadas por el rompimiento de las nueces durante el proceso de prensado y que son arrastradas en la o las columnas neumáticas junto a la fibra ciclónica.

Principio

En la prueba, una muestra de fibra ciclónica es analizada separando las almendras rotas y las almendras enteras contenidas en ella, las cuales se pesan por aparte.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa, de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica.
- Bandeja.
- Recipientes plásticos.
- Martillo.

Muestreo

La fibra ciclónica constituye el foco más relevante en el subproceso de recuperación de almendra; por tanto, el muestreo y la rigurosidad en el análisis son determinantes en la calidad de los datos emitidos. Las composiciones de los flujos de fibra y cáscaras se caracterizan por presentar una alta variabilidad en el proceso, debido a que están sujetos a variables como variedad, edad y procedencia del fruto, por lo que se recomienda realizar este procedimiento de forma meticulosa.

El muestreo de fibras para determinación de pérdida de almendra se realiza de manera acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- a. A la salida del ciclón (o de los ciclones) de fibra, tomar una muestra de entre 200 y 300 gramos.
- b. Depositar la muestra de fibra en un recipiente con tapa.
- c. Repetir este procedimiento cada hora durante el día de proceso, cuidando de mantener debidamente tapados los recipientes, para evitar pérdidas de humedad. En el caso de tener más de un ciclón de fibras, el muestreo y respectivo análisis debe realizarse en forma independiente.

- d. Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente la fibra. Cuartear hasta obtener una muestra de unos 1.000 gramos.
- e. Llevar la muestra al laboratorio para realizar la determinación del contenido de almendras.

Procedimiento

- f. Pesarse en la balanza analítica un recipiente limpio y seco. Registrar el peso en el formato respectivo.
- g. Homogenizar con cuidado la fibra y cuartear hasta obtener una muestra de 300 gramos, prestando especial atención en no perder la fracción más fina de la muestra que tiende a depositarse en el fondo del recipiente. Pesarse y registrar el dato en el formato respectivo.
- h. Volcar la muestra en una bandeja o en una superficie limpia. Separar las almendras enteras,

almendras rotas, nueces enteras y nueces rotas de la fibra. Se deben separar almendras hasta un tamaño de 2 a 3 mm aproximadamente.

- i. Romper las nueces rotas y nueces enteras. Separar su almendra.
- j. Pesarse las almendras libres junto con las almendras provenientes de las nueces enteras y las nueces rotas. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de almendra en fibras, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso recipiente limpio	gramos	Rec
g	Peso muestra	gramos	MHúmeda
j	Peso almendras	gramos	Alm

Expresión de los resultados

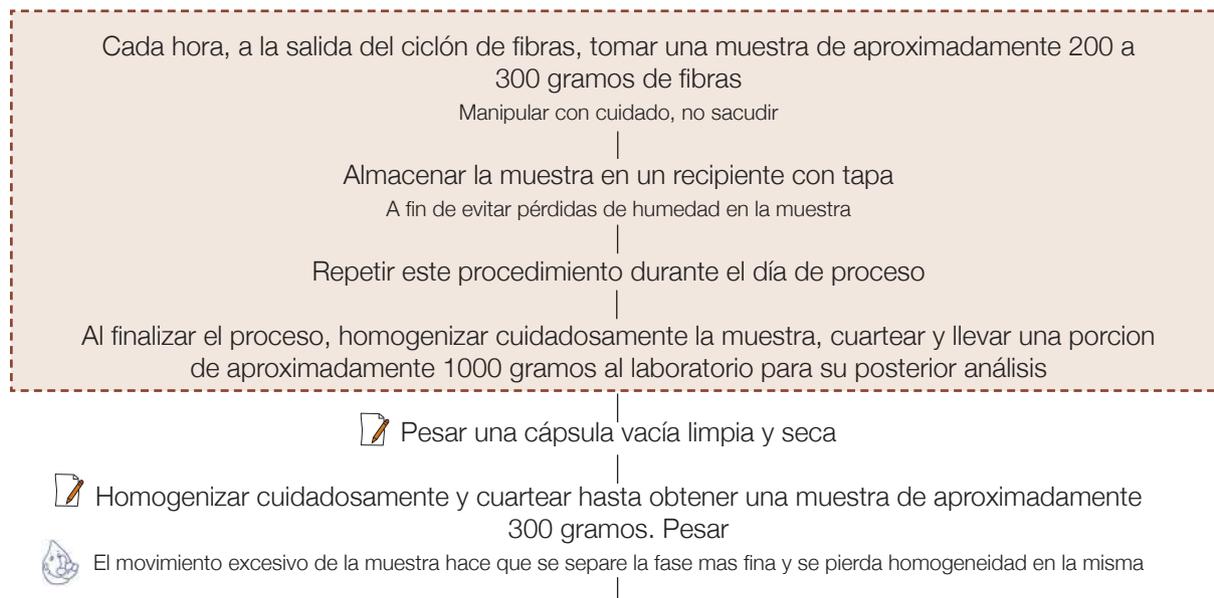
El contenido de almendras en la fibra ciclónica es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra de ensayo, y es igual a:

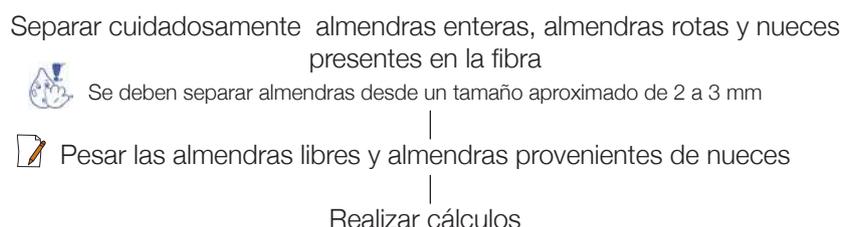
$$\% = \frac{Alm}{Muestra} = \frac{Alm}{MHúmeda} * 100$$

Almendra en fibras

Balance de pérdidas de almendra

Muestreo





Ejemplo: Porcentaje almendra en fibras

Datos	
Peso recipiente vacío (g)	99,187
Peso muestra (g)	300,230
Peso almendra libre (g)	3,529
Peso almendra proveniente de nueces (g)	0,659

$$\% \frac{Alm}{Muestra} = \frac{Alm}{MHúmeda} * 100 = \frac{3,529 + 0,659}{300,230} * 100 = 1,39\%$$

Figura 20. Diagrama de flujo para la determinación de pérdida de almendra en fibras.

Contenido de almendra en cáscaras secas y húmedas

(CenML-S3-Pal2)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación del contenido porcentual de almendras en las cáscaras a la salida de los sistemas de separación neumática de cáscaras y almendras (Figura 21).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema. Además, se consultaron los siguientes documentos:

- Cenipalma. 2002. Informe de labores. Documento interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma.*
- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio.*

- Cenipalma. 2004. Informe de labores. Documento interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste.*
- Cenipalma. 2004. Manual de laboratorio para el control de pérdidas en el proceso de recuperación de almendra. (Documento en edición).
- Porim. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Polvo:** hace referencia al endocarpio fino retirado en la primera etapa de separación neumática de cáscaras y almendras.
- **Cáscaras:** hace referencia al endocarpio grueso retirado en la segunda etapa de separación neumática de cáscaras y almendras. De forma general, en los procesos que cuentan únicamente con una etapa de separación neumática, el flujo de este material es denominado "cáscaras".
- **Almendras libres:** hace referencia a las almendras generadas por el rompimiento de las nueces durante el proceso de prensado y que son arrastradas en la columna o columnas neumáticas junto a la fibra ciclónica.

Principio

En la prueba, una muestra de cáscaras es analizada separando las almendras rotas y las almendras enteras contenidas en ella. Posteriormente, las almendras separadas se pesan.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa, de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica.
- Bandeja.
- Recipientes plásticos.
- Martillo.

Muestreo

Al igual que en el análisis de pérdida de almendra en fibra, el muestreo y la rigurosidad en el análisis para evaluación en cáscaras son determinantes en la calidad de los datos emitidos.

Para la evaluación de pérdida de almendra en cáscaras provenientes de separación vía húmeda (hidrociclones, hidroclay), se debe realizar el ajuste del peso de la muestra por el exceso de humedad de la misma.

El muestreo de cáscaras para determinación de pérdida de almendra se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- A la salida del ciclón (o de los ciclones) de cáscaras, tomar una muestra de entre 200 y 300 gramos aproximadamente.
- Depositar la muestra de fibra en un recipiente con tapa.
- Repetir este procedimiento cada hora durante el día de proceso, cuidando de mantener de-

bidamente tapados los recipientes, con el fin de evitar pérdidas de humedad. En el caso de tener más de un ciclón de cáscaras, el muestreo y respectivo análisis debe realizarse de forma independiente.

- Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente las cáscaras. Cuartear hasta obtener una muestra de unos 1.000 gramos.
- Llevar la muestra al laboratorio para realizar la determinación del contenido de almendras.

Procedimiento

- Pesar un recipiente limpio y seco en la balanza analítica. Registrar el peso en el formato respectivo.
- Homogenizar cuidadosamente la muestra de cáscaras y cuartear hasta obtener una submuestra de 300 gramos, prestando especial atención en no perder la fracción más fina de la muestra, que tiende a depositarse en el fondo del recipiente. Pesar y registrar el dato en el formato respectivo.
- Volcar la muestra en una bandeja o en una superficie limpia. Separar almendras enteras, almendras rotas, nueces enteras y nueces rotas de la fibra. Se deben separar almendras hasta un tamaño de 2 a 3 mm aproximadamente.
- Romper las nueces rotas y nueces enteras. Separar su almendra.
- Pesar las almendras libres junto con las provenientes de las nueces enteras y nueces rotas. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de almendra en cáscaras secas y húmedas, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso recipiente limpio	gramos	Rec
g	Peso muestra	gramos	MHúmeda
j	Peso almendras	gramos	Alm

Expresión de los resultados

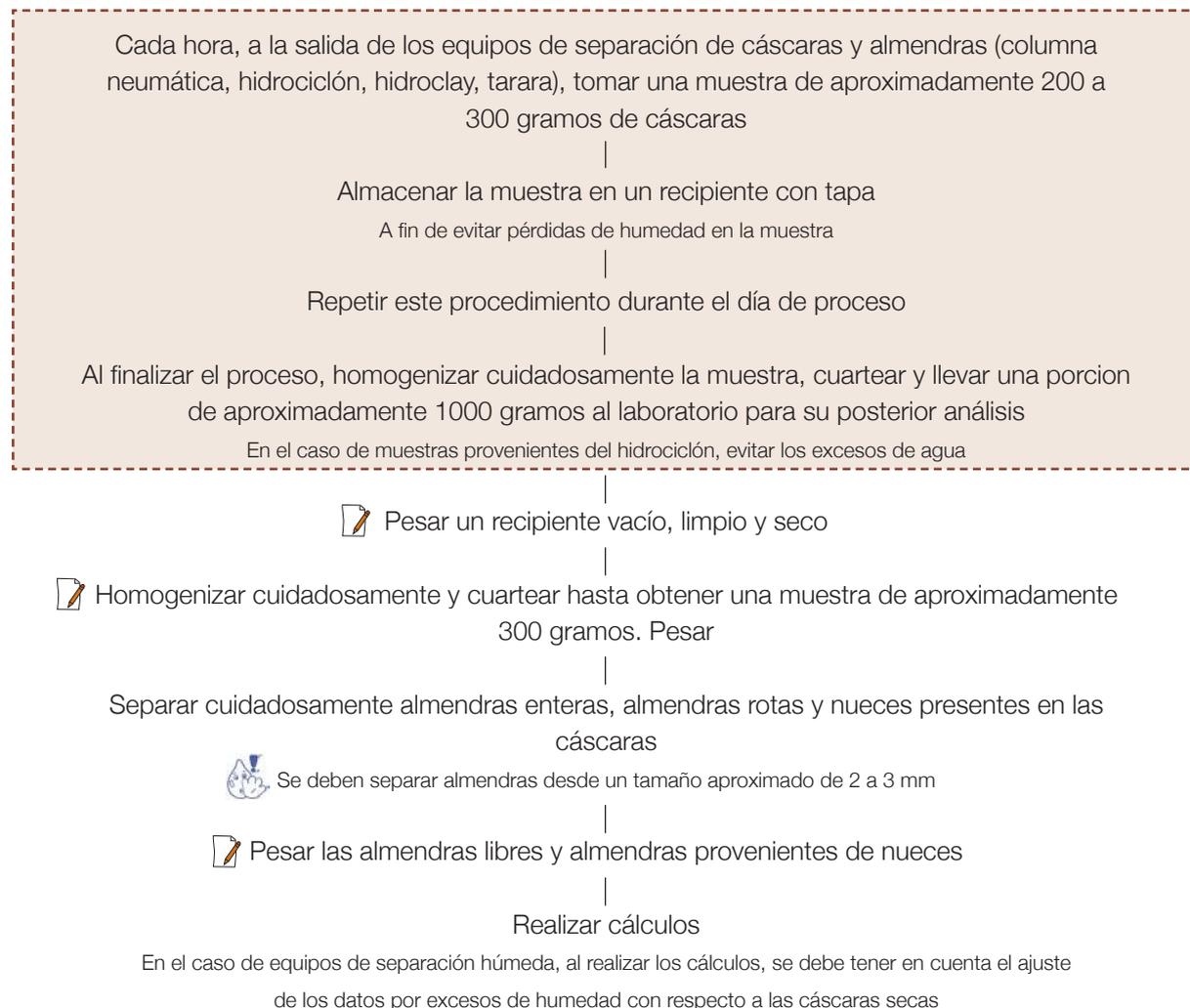
El contenido de almendras en las cáscaras es expresado como porcentaje másico con respecto a la porción de muestra de ensayo, y es igual a:

$$\% = \frac{Alm}{Muestra} = \frac{Alm}{MHúmeda} * 100$$

Almendra en cáscaras secas y húmedas

Balance de pérdidas de almendra

Muestreo



Ejemplo: Porcentaje almendra en fibras

Datos	
Peso recipiente vacío (g)	120,345
Peso muestra (g)	300,118
Peso almendra libre (g)	14,329
Peso almendra proveniente de nueces (g)	1,023

$$\% \frac{Alm}{Muestra} = \frac{Alm}{MHúmeda} * 100 = \frac{14,329 + 1,023}{300,118} * 100 = 5,11\%$$

Figura 21. Diagrama de flujo para la evaluación de pérdida de almendra en cáscaras secas y húmedas.

Cálculos para la elaboración del balance de pérdidas de aceite y almendra

El balance de pérdidas de aceite y almendras (balance de masa) constituye una herramienta para cuantificar el aceite y la almendra perdidos en diferentes puntos del proceso de extracción, por medio de la relación entre los flujos másicos en dichos puntos y sus respectivas concentraciones de aceite y/o almendra. El balance de pérdidas es finalmente expresado como una relación porcentual entre las toneladas de aceite perdidas en cada uno de estos puntos y las toneladas de racimos de fruta fresca procesadas.

La determinación de balances de pérdidas de aceite y almendra es una práctica generalizada en las plantas de beneficio, pues permite comparar las pérdidas en diferentes puntos del proceso, sobre una misma base de referencia.

Una de las principales aplicaciones de estos balances en el proceso de extracción de aceite es que posibilita la referenciación en las plantas de beneficio, mediante el seguimiento a los niveles de pérdidas de aceite y almendra, y su correlación con otras variables como la tasa de extracción.

Para la estimación de las toneladas de aceite que se pierden en cada punto del proceso, es necesario conocer tanto la concentración puntual de

aceite y/o almendra en la muestra, como el flujo másico para cada punto de pérdida.

Las mayores pérdidas de aceite en una planta de beneficio se presentan en los siguientes puntos:

- Tusas o racimos vacíos.
- Frutos adheridos a tusas.
- Fibras provenientes de prensado.
- Aguas efluentes (condensados de esterilización y lodos provenientes de centrifugas).
- Nueces (aceite adherido al cuesco).

En el caso particular de las plantas extractoras que cuentan con equipos de procesamiento de lodos tipo decanter, se debe incluir la pérdida de aceite en torta del decanter como un punto adicional de pérdida dentro del balance general.

Por otra parte, las mayores pérdidas de almendra en el proceso se dan en los siguientes puntos:

- Fibras de prensas.
- Cáscaras secas a la salida de ciclones.
- Cáscaras húmedas a la salida de hidrociclón¹.

La Tabla 5 muestra los cálculos requeridos para la estimación de porcentajes totales de pérdidas de aceite con respecto a racimos de fruta fresca (RFF) para cada uno de los puntos mencionados. De manera análoga, la Tabla 6 muestra los cálculos requeridos para la estimación de las pérdidas totales de almendra y extracción de aceite de palmiste.

Tabla 5. Formato de registro y cálculo de las pérdidas de aceite en una planta de beneficio

N°	Item	Cálculo
1	% Tusas / RFF	
2	% Aceite / SSNA (Tusas)	
3	% SSNA / Tusas	
4	% Aceite / RFF (Tusas)	$1 * 2 * 3 * 0,01 * 0,01$
5	% Fruto adherido /Tusas	
6	% Aceite / Fruto adherido	
7	% Aceite / RFF (Fruto adherido)	$1 * 5 * 6 * 0,01 * 0,01$
8	% Fibras / RFF	
9	% Aceite / SSNA (Fibras)	
10	% SSNA / Fibras	
11	% Aceite / RFF (Fibras)	$8 * 9 * 10 * 0,01 * 0,01$
12	m ³ efluente fina l/ ton RFF.	

¹ Aplicables a las plantas de beneficio que cuentan con separación húmeda de cáscaras y almendras.

N°	Item	Cálculo
13	densidad efluente final (g/mL)	Valor constante*
14	% Aceite / SSNA (efluente final)	
15	% SSNA / efluente final	
16	% Aceite / RFF (efluente final)	$12 * 13 * 14 * 15 * 0,01$
17	% Torta decanter / RFF	
18	% Aceite / SSNA (Torta decanter)	
19	% SSNA / Torta decanter	
20	% Aceite / RFF (Torta decanter)	$17 * 18 * 19 * 0,01$
21	% Nueces / RFF	
22	% Aceite / Nueces	
23	% Aceite / RFF (Nueces)	$21 * 22 * 0,01$
24	% Pérdida de Aceite total	$23 + 20 + 16 + 11 + 7 + 4$
25	Fruto procesado propio (ton)	
26	Fruto procesado comprado (ton)	
27	Fruto Procesado (ton RFF)	$25 + 26$
28	Aceite Extraído (ton)	
29	% Extracción de Aceite (TEA)	$(28 / 27) * 100$
30	Potencial de Aceite (%)	$27 + 24$
31	Eficiencia de extracción de Aceite (%)	$(29 / 30) * 100$
32	% Acidez del Aceite	
33	% Humedad del Aceite	
34	% Impurezas del Aceite	
Reporte detallado efluentes		
35	m ³ Condensados esterilización / Ton RFF	
36	densidad efluente (g/mL)	Valor constante*
37	% Aceite / SSNA (Condensados esterilización)	
38	% SSNA / Condensados esterilización	
39	% Aceite / RFF (condensados esterilización)	$35 * 36 * 37 * 38 * 0,01$
40	m ³ Lodos centrífugas / Ton RFF	
41	densidad efluente (g/mL)	Valor constante*
42	% Aceite / SSNA (Lodos centrífugas)	
43	% SSNA / Lodos centrífugas	
44	% Aceite / RFF (Lodos centrífugas)	$40 * 41 * 42 * 43 * 0,01$
45	m ³ Lodos decanter/Ton RFF	
46	densidad efluente (g/mL)	Valor constante*
47	% Aceite / SSNA (Lodos decanter)	
48	% SSNA / Lodos decanter	
49	% Aceite / RFF (Lodos decanter)	$45 * 46 * 47 * 48 * 0,01$

Extracción y pérdida de almendra		
50	% Fibras / RFF	
51	% Almendra / Fibras	
52	% Almendra / RFF (Fibras)	$50 * 51 * 0,01$
53	% Cáscaras / RFF	
54	% Almendra / Cáscaras	
55	% Almendra / RFF (Cáscaras)	$53 * 54 * 0,01$
56	% Cáscaras de hidrociclón / RFF	
57	% Almendra / Cáscaras de hidrociclón	
58	% Almendra / RFF (Cáscaras de hidrociclón)	$56 * 57 * 0,01$
59	% Pérdida de Almendra total	$52 + 55 + 58$
60	Almendra recuperada (ton)	
61	% Extracción de almendra	$(60 / 27) * 100$
62	% Acidez de Almendra	
63	% Humedad de Almendra	
64	% Impurezas de Almendra	
65	Almendra limpia y seca recuperada (ton)	$60 - (60*63*0,01) - (60*64*0,01)$
66	% Extracción Almendra limpia y seca	$(65 / 27) * 100$
67	Potencial de Almendra (%)	$59 + 66$
68	Eficiencia de extracción Almendra limpia y seca (%)	$(66 / 67) * 100$
Extracción de Aceite y torta de Palmiste		
69	Almendra procesada (ton)	
70	% Humedad de Almendra procesada	
71	% Impurezas de Almendra procesada	
72	Almendra limpia y seca procesada (ton)	$69 - (69*70*0,01) - (69*71*0,01)$
73	Torta de palmiste producida (ton)	
74	% Humedad en Torta de palmiste	
75	% Aceite en Torta de palmiste	
76	% Pérdida aceite en Torta / Almendra limpia y seca procesada	$(75 * 73) / 72$
77	Aceite de palmiste producido (ton)	
78	% Acidez en Aceite de palmiste	
79	% Humedad en Aceite de palmiste	
80	% Impurezas en Aceite de palmiste	
81	% Extracción Aceite de palmiste / Almendra	$(77 / 69) * 100$
82	% Extracción Torta de palmiste / Almendra	$(73 / 69) * 100$
83	% Extracción Aceite de palmiste / RFF	$(77 / 27) * 100$
84	% Extracción Aceite de palmiste / Almendra limpia y seca	$(77 / 72) * 100$
85	Potencial Aceite de palmiste (%)	$76 + 84$
86	Eficiencia extracción Aceite de palmiste (%)	$(77 / 85) * 100$

Determinación de flujos máscicos en puntos de pérdida

Los procedimientos referidos a continuación para el balance de pérdidas de aceite y de almendra se basan en los descritos en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio*, de Cenipalma. Han sido ajustados de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas extractoras y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma (Yáñez, E.E. et ál. 2002, 2004).

La evaluación de los flujos máscicos en los focos de pérdidas de aceite y almendra en el proceso es determinante en la representatividad del balance de masa. Variables como variedad, estado sanitario de las palmas, edad, cosecha y calidad del fruto, afectan directamente el comportamiento de las corrientes en el proceso; por tanto, se recomienda realizar estas evaluaciones con la mayor frecuencia posible (mínimo una vez a la semana).

Flujo de fibras ciclónicas

Para la medición del flujo de fibras, se debe tener en cuenta la disponibilidad de alimentación de fibras a las calderas, la disponibilidad del personal y el tiempo que las calderas puedan mantener su presión normal, sin ser alimentadas con fibras.

Una alternativa para la evaluación del flujo de fibras es colectarla en la descarga inferior del ciclón del sistema desfibrador o medir el flujo de torta de prensas. En este último caso, se debe evaluar la composición de la torta de prensas para cuantificar únicamente la fracción de flujo correspondiente a las fibras y luego ajustar el contenido de humedad.

Se debe contemplar que la evaluación de las pérdidas de aceite por impregnación en fibras se realiza a la salida de las prensas, lo cual implica que para calcular la pérdida de aceite total en fibras con respecto a las toneladas de RFF procesado, el flujo de fibras debe ajustarse tomando en cuenta el polvillo retenido y acumulado en los transportadores, así como la diferencia de humedad entre la fibra del ciclón y la de las prensas.

El procedimiento general para la medición se describe a continuación:

- Asegurar un proceso estable a plena capacidad. Verificar que los digestores estén llenos y que haya disponibilidad de fruto esterilizado.
- Disponer de un recipiente de tamaño adecuado (góndola, zorra, volqueta) para la recolección y almacenamiento de la fibra antes de su

entrada a la caldera. La ubicación del recipiente depende de la disposición de cada planta de beneficio. Pesarse el recipiente previamente.

- Recolectar la fibra producida en el proceso durante un tiempo mínimo de 15 minutos, sin que durante este periodo se dejen de alimentar las prensas. Pesarse nuevamente el recipiente con la fibra. A partir de la diferencia en peso con el recipiente vacío, se estima el peso de la fibra recolectada.
- Durante los quince minutos de medición de flujo de fibra, registrar el número de vagonetas volteadas y consumidas en el prensado. La capacidad promedio de vagonetas se toma del dato acumulado diario, registrado en el informe de producción del día siguiente.
- El flujo de fibra con respecto a los racimos de fruta fresca procesados (RFF) es expresado como una relación porcentual y se calcula como:

$$\frac{\% \text{ Fibra}}{\text{RFF}} = \frac{\text{Fibra colectada (Kg)}}{\text{número vagonetas} * \text{capacidad vagonetas (Kg)}} * 100$$

Donde:

- La *fibra colectada* corresponde a los kilogramos de fibra que se obtienen en los quince minutos de muestreo.
- El *número de vagonetas* corresponde a aquellas que se voltean o procesan solo durante los quince minutos de muestreo.
- La *capacidad de vagonetas* corresponde al peso promedio por vagoneta en kilogramos, calculado a partir del número total de vagonetas procesadas en el día con respecto a las toneladas totales de RFF registrados en báscula.

Flujo de racimos vacíos o tusas

La medición del flujo de tusas se facilita debido a que la totalidad de este material sale de la planta de beneficio, salvo en las que se hace algún tipo de procesamiento adicional. Para su medición se requiere contar con recipientes de tamaño adecuado como volquetas, carretas o zorras, las cuales permiten registrar su peso en la báscula.

De acuerdo con lo anterior, el flujo de tusa en la planta de beneficio puede determinarse relacionando las toneladas de tusa que salen de proceso durante el día, con las toneladas totales de RFF procesadas. En el caso de presentarse acumulación

de inventarios de tusa en la planta extractora, este dato debe contemplarse en la estimación del porcentaje de tusa diario.

Para la medición puntual del flujo de tusa en la planta de beneficio, el procedimiento general se describe a continuación:

- Asegurar un proceso estable a plena capacidad. Verificar que los digestores estén llenos y que haya disponibilidad de fruto esterilizado.
- Disponer de un recipiente de tamaño adecuado (góndola, zorra, volqueta) para la recolección y almacenamiento de la tusa a la salida de los tambores desfrutadores (banda de tusa). La ubicación del recipiente depende de la disposición de cada planta de beneficio. Pesar el recipiente previamente.
- Recolectar la tusa producida en el proceso durante un tiempo mínimo de quince minutos, sin que durante este periodo se dejen de alimentar las prensas. Pesar de nuevo el recipiente con las tusas. A partir de la diferencia en peso con el recipiente vacío, se estima el peso de las tusas recolectadas.
- Durante los quince minutos de medición de flujo de tusas, registrar el número de vagonetas volteadas y consumidas en el prensado. La capacidad promedio de vagonetas se toma del dato acumulado diario, registrado en el informe de producción del día siguiente.
- El flujo de tusa con respecto a los racimos de fruta fresca procesados (RFF) es expresado como una relación porcentual, y se calcula como:

$$\frac{\% \text{ Tusa}}{\text{RFF}} = \frac{\text{Tusa colectada (Kg)}}{\text{número vagonetas} \times \text{capacidad vagonetas (Kg)}} \times 100$$

Donde:

- La *tusa colectada* corresponde a los kilogramos de tusa que se obtiene en los quince minutos de muestreo.
- El *número de vagonetas* corresponde a aquellas que se voltean o procesan solo durante los quince minutos de muestreo.
- La *capacidad de vagonetas* corresponde al peso promedio por vagoneta en kilogramos, calculado a partir del número total de vagonetas procesadas en el día con respecto a las toneladas totales de RFF registrados en báscula.

Flujo de efluentes: condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluente total

La medición del caudal de los efluentes requiere especial atención en el proceso, dada su variabilidad. Para el balance global de pérdidas, se requiere el flujo total de efluentes en la salida de florientinos hacia piscinas de oxidación. Los efluentes corresponden a la mezcla de los condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y aguas de desecho de proceso (limpieza).

Aunque en el balance global se utiliza únicamente el flujo total de efluentes, se recomienda la medición y seguimiento a las descargas para cada punto y/o equipo, con el objeto de tener una herramienta para el control de proceso. Para la medición del flujo de estos efluentes existen varias alternativas, dependiendo de la disposición física, de equipos y de personal de cada planta extractora.

Para determinar el flujo de efluente de manera confiable, puede usarse el registro del tiempo de operación de la bomba que impulsa el flujo de efluentes finales hacia el respectivo sistema de tratamiento. Con el empleo de este sistema se requiere hacer un aforo previo de la capacidad de la bomba. Éste se realiza utilizando un recipiente de volumen adecuado (mínimo 200 litros). El procedimiento se describe a continuación:

- En condiciones de proceso estable y a plena capacidad, medir el tiempo requerido para el llenado del recipiente.
- Realizar como mínimo tres lecturas. Estimar los flujos como litros/hora de efluentes y promediar los datos obtenidos. El flujo promedio corresponde a la capacidad de la bomba.
- Para un día de proceso en condiciones normales, registrar las toneladas totales de RFF procesadas. Registrar el tiempo de operación de la bomba de efluentes totales durante el mismo día de proceso.
- Relacionar estas variables para estimar la relación porcentual de flujo de efluentes con respecto a las toneladas de RFF procesadas. El cálculo se realiza como se describe a continuación:

$$\frac{m^3 \text{ Efluentes}}{\text{RFF}} = \frac{\text{Caudal bomba} \times \text{horas operación}}{\text{RFF procesado}}$$

Donde:

- El *caudal de la bomba* se obtiene a partir del aforo de la bomba y se expresa como m³ efluente/hora.
- Las *horas de operación* se obtienen de la lectura del horómetro de la bomba de evacuación de efluentes.
- El *RFF procesado* corresponde al total de toneladas procesadas durante el periodo de registro del horómetro de la bomba.

Como una alternativa de medición, el flujo de efluentes también puede ser calculado como la relación entre el volumen ocupado por dicho efluente en un tanque o fosa receptora y su respectivo tiempo de llenado (o vaciado). Para estimar este volumen se debe registrar la diferencia entre la altura inicial y final de llenado (o vaciado) y luego multiplicarla por el área transversal del tanque receptor, la cual se obtiene midiendo sus dimensiones (largo y ancho).

Los flujos de condensados de esterilización y lodos provenientes de centrífugas pueden medirse de la misma forma que los efluentes totales. Los puntos de muestreo y el método dependen directamente de las condiciones de cada planta extractora.

Es importante anotar que para la evaluación de flujo de condensados de esterilización el tiempo de evaluación debe garantizar que se incluya el efluente generado por todos los equipos en operación.

Flujo de cáscaras secas y húmedas

La medición del flujo de cáscaras se realiza de forma muy similar al de fibras. Se deben tener en cuenta la disponibilidad de alimentación de cáscaras a las calderas, la disponibilidad del personal y el tiempo que las calderas puedan mantener su presión normal, sin ser alimentadas con cáscaras.

Debido a que este material es el principal alimento de la caldera, el tiempo efectivo de medición se reduce. En este caso se recomienda realizar varias repeticiones con tiempos menores y promediar los datos.

El procedimiento general para la medición se describe a continuación:

- Asegurar un proceso estable a plena capacidad. Verificar que los digestores estén llenos y que haya disponibilidad de fruto esterilizado.
- Disponer de un recipiente de tamaño adecuado (góndola, zorra, volqueta) para la recolección y almacenamiento de las cáscaras antes de su entrada a la caldera. La ubicación

del recipiente depende de la disposición de cada planta de beneficio. Pesarse el recipiente previamente.

- Recolectar las cáscaras producidas en el proceso durante un tiempo mínimo de cinco minutos, sin dejar de alimentar las prensas. Pesarse nuevamente el recipiente con las cáscaras. A partir de la diferencia en peso con el recipiente vacío, se estima el peso de la fibra recolectada.
- Durante el tiempo de medición del flujo de cáscaras, registrar el número de vagonetas volteadas y consumidas en el prensado. La capacidad promedio de vagonetas se toma del dato acumulado diario, registrado en el informe de producción del día siguiente.
- El flujo de cáscaras con respecto a los racimos de fruta fresca procesados (RFF) es expresado como una relación porcentual, y se calcula como:

$$\frac{\% \text{ Cáscaras}}{\text{RFF}} = \frac{\text{Cáscara colectada (Kg)}}{\text{número vagonetas} \times \text{capacidad vagonetas (Kg)}} \times 100$$

Donde:

- La *cáscara colectada* corresponde a los kilogramos de cáscaras que se obtienen en el tiempo de muestreo.
- El *número de vagonetas* corresponde a aquellas que se voltean o procesan solo durante el tiempo de muestreo.
- La *capacidad de vagonetas* corresponde al peso promedio por vagoneta en kilogramos, calculado a partir del número total de vagonetas procesadas en el día con respecto a las toneladas totales de RFF registrados en báscula.

Para las plantas de beneficio que cuentan con un proceso de separación de almendras y cáscaras vía combinada (seca y húmeda), la valoración de los flujos de cáscaras secas y húmedas debe realizarse de manera independiente y ajustar los contenidos de humedad.

Otra forma de estimar el flujo de cáscaras es realizando la medición de la mezcla triturada a la salida de los rompedores (trituradores) y relacionándola con la concentración de cáscaras en dicho flujo. Cada planta de beneficio puede estimar cuál metodología de medición de flujo se ajusta más a sus condiciones, siempre que se garantice tener un adecuado tiempo de medición y condiciones normales de proceso.

Flujo de nuez

El flujo de nuez puede ser calculado con la medición directa a la salida de la columna neumática o a partir de la suma de los flujos de almendra y cáscaras. Para un día de proceso en condiciones normales y a plena capacidad, estimar el flujo de cáscaras y registrar las toneladas de almendra producidas durante la jornada.

Por último, el flujo de nuez se relaciona con las toneladas de racimos de fruta fresca procesados durante el periodo de medición, y se expresa como: % nuez/RFF.

Cálculo de la eficiencia de extracción de aceite y almendra

La eficiencia en la extracción tanto de aceite como de almendra hace referencia a la relación de las toneladas de productos obtenidos con respecto a las toneladas totales potenciales para extracción. Estas toneladas potenciales resultan de la suma de la extracción real y las pérdidas. La eficiencia se reporta como porcentaje, y se calcula como se describe a continuación:

Eficiencia de extracción de aceite (base seca no aceitosa)

$$\% \text{ Eficiencia aceite} = \frac{\frac{\% \text{ aceite}}{RFF}}{\frac{\% \text{ aceite}}{RFF} + \frac{\% \text{ pérdidas totales}}{RFF}} * 100$$

Donde:

- El % aceite/RFF, se obtiene del registro diario de inventario de toneladas de aceite producido y las toneladas de racimos de fruto procesado (RFF).
- El % de pérdidas totales se estima a partir del balance de pérdidas de aceite y corresponde a la sumatoria de los porcentajes de pérdidas de aceite en tusas, fibras, nueces, fruto adherido y efluentes, con respecto a RFF. Los porcentajes de pérdidas son calculados a partir

$$\% \text{ almendra L y S} = \frac{\% \text{ almendra}}{RFF} - \left[\left(\frac{\% \text{ almendra}}{RFF} * \% \text{ impureza} \right) + \left(\frac{\% \text{ almendra}}{RFF} * \text{humedad} \right) \right]$$

de los porcentajes de aceite en muestra con respecto a los sólidos secos no aceitosos.

Eficiencia de extracción de almendra (base húmeda)

$$\% \text{ Eficiencia almendra} = \frac{\frac{\% \text{ almendra}}{RFF}}{\frac{\% \text{ almendra}}{RFF} + \frac{\% \text{ pérdidas totales}}{RFF}} * 100$$

Donde:

- El % almendra/RFF, se obtiene del registro diario de inventario de toneladas de almendra producida y las toneladas de racimos de fruto procesado (RFF).
- El % de pérdidas totales se estima a partir del balance de pérdidas de almendra y corresponde a la sumatoria de los porcentajes de pérdidas de almendra en fibras, cáscaras secas y cáscaras húmedas con respecto a RFF.

Eficiencia de extracción de almendra (base limpia y seca)

Si se quiere ver la eficiencia de la extracción de almendra en términos comparativos, ésta puede expresarse en base limpia y seca; es decir, al porcentaje de recuperación de almendra se le sustrae la fracción correspondiente a las impurezas y la humedad. Esta eficiencia se expresa como una relación porcentual entre la almendra limpia y seca extraída con respecto a la almendra potencial, y se calcula como:

$$\% \text{ Eficiencia /alm L y S} = \frac{\frac{\% \text{ almendra L y S}}{RFF}}{\frac{\% \text{ almendra L y S}}{RFF} + \frac{\% \text{ pérdidas totales}}{RFF}} * 100$$

Donde:

El % almendra L y S/RFF se obtiene del registro diario de inventario de toneladas de almendra producida y de calidad. Se calcula como:

Control de proceso

Análisis rápidos en clarificación

(CenML-S3-CP1)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la determinación de la composición volumétrica de los principales flujos del proceso de extracción de aceite, como fuente de información rápida para la corrección oportuna de parámetros de control de proceso (Figura 22).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999).

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Análisis rápidos:** determinación rápida de la composición volumétrica de los principales flujos del proceso de extracción de aceite.
- **Lodos livianos:** fase liviana que se coloca entre el aceite y el agua, en la separación estática del aceite crudo o en una prueba de centrifugación de una muestra.
- **Lodos pesados:** fase pesada que se sedimenta por debajo del agua, en la separación estática del aceite crudo o en una prueba de centrifugación de una muestra.

Principio

En la prueba, una muestra líquida de flujo de licor de prensa o aceite del proceso es sometida a centrifugación a condiciones mínimas de 3.000 rpm y tres minutos. Se mide la altura de las fases separadas.

Elementos, materiales y equipos

- Centrífuga con cabezal flotante, ángulo de 90° y mínimo 3.000 rpm.
- Tubos de ensayo graduados para centrífuga, con capacidad de 10-15 ml.
- Recipientes para toma de muestras.
- Recipientes de vidrio para transporte de muestras.

Muestreo

En el muestreo para análisis rápidos se requiere disponer de recipientes individuales para toma de muestra en cada punto evaluado, con el fin de evitar contaminaciones y errores en los datos reportados.

- a. Al menos cada dos horas, con la ayuda de un recipiente, tomar del proceso una muestra de aproximadamente 100 ml en los siguientes puntos:
 - Tanque de aceite crudo tamizado.
 - Salida de lodo aceitoso en preclarificador².
 - Salida de aguas lodosas de los separadores primarios o clarificadores.
 - Aceite recuperado en las centrífugas.
 - Lodos a la salida de las centrífugas.
 - Lodos a la salida de las trampas de grasas.
- b. Llevar las muestras al laboratorio para su análisis.

Procedimiento

- c. Tomar una de las muestras y agitar vigorosamente en el recipiente.
- d. Inmediatamente llenar un tubo de ensayo hasta 10 ml. Los tubos deben estar previamente identificados para evitar confusiones y errores. Ubicar el tubo de ensayo en la centrífuga.
- e. Repetir este procedimiento para cada una de las muestras tomadas o hasta completar la capacidad de la centrífuga, ubicándolas en su respectivo orden de proceso. La ubicación ordenada evita confusiones.
- f. Centrifugar como mínimo a 3.000 rpm, durante tres minutos.
- g. Pasados los tres minutos, destapar la centrífuga y proceder a realizar las lecturas en el mismo orden de ingreso de los tubos. Leer el volumen de cada una de las fases separadas, a saber:
 - Aceite
 - Lodos livianos
 - Agua
 - Lodos pesados
- h. Registrar la lectura en el formato respectivo. Si no se observa fase aceitosa después de realizada la centrifugación, reportar el resultado como trazas (T).

² Aplicable a las plantas extractoras que cuentan con equipo preclarificador.

Expresión de los resultados

Al momento de la cuantificación de las fases, se realiza únicamente la medición para (n - 1) fases separadas. La fase restante se calcula por diferencia de 100% con respecto a la suma de las fases medidas.

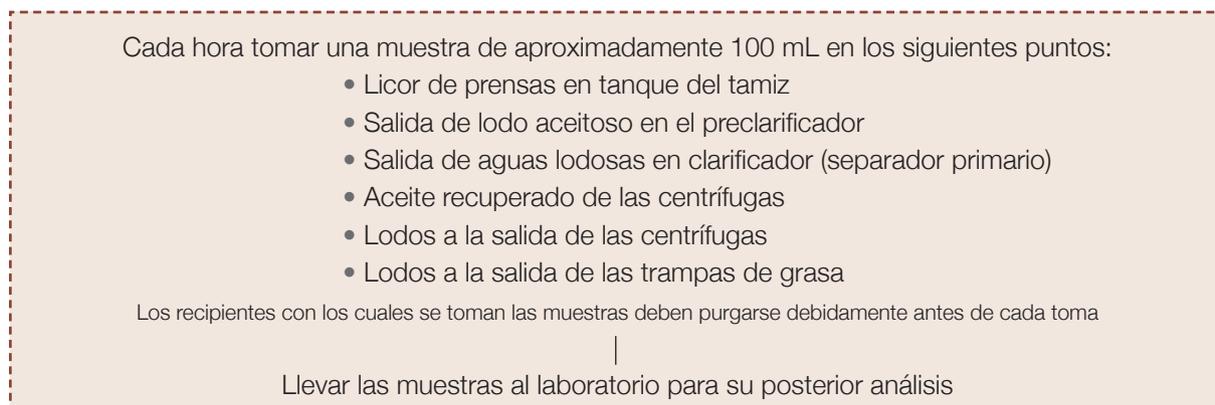
El contenido de cada fase en la muestra es expresado como porcentaje volumétrico con respecto a la porción de muestra de ensayo, y es igual a:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Volúmen Fase}}{\text{Volúmen total}} * 100$$

Análisis rápidos en clarificación

Control de proceso

Muestreo



Si al momento del análisis las muestras se han enfriado y separado, éstas deben calentarse ligeramente y homogenizarse previamente

Los tubos deben estar debidamente marcados para evitar confusiones y errores

Centrifugar a 3000 revoluciones por minuto (como mínimo), durante 3 minutos



Identificar y medir el volúmen de las capas separadas y diferenciadas de aceite, lodos livianos, agua y lodos pesados



Realizar cálculos como:

$$\% \text{ Fase} = \frac{\text{Volúmen Fase}}{\text{Volúmen total}} * 100$$

Figura 22. Diagrama de flujo para la realización de análisis rápidos en clarificación.

Racimos mal desfrutados

(GenML-S3-CP2)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la cuantificación de los racimos mal desfrutados, en la banda transportadora de tusa (Figura 23).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología se aplica la siguiente definición:

- **Racimo bien desfrutado:** se considera racimo bien desfrutado, aquel que no contenga frutos adheridos.
- **Racimo mal desfrutado normal:** se considera racimo mal desfrutado normal, aquel que contenga frutos adheridos de fácil remoción, asociados a condiciones del proceso (esterilización y desfrutación).

Es una práctica común en las plantas de beneficio la recirculación de los racimos mal desfrutados a proceso, con el fin de remover los frutos adheridos remanentes. Se usa como criterio común recircular aquellos racimos mal desfrutados que contengan desde 25% (un cuarto de racimo) de frutos adheridos de fácil remoción.

- **Racimo mal desfrutado anormal:** se consideran racimos mal desfrutados anormales aquellos cuyos frutos adheridos son de difícil remoción, incluso luego de un segundo ciclo de esterilización, y están asociados a racimos verdes y/o enfermos.

Principio

La prueba se realiza in situ. Se analiza una muestra de 100 tusas, identificando los racimos mal desfrutados. Se registra el número de racimos y se retornan al proceso.

Materiales

- Guantes.

Procedimiento

El análisis de racimos mal desfrutados puede realizarse de manera simultánea al muestreo de tusas para evaluación de pérdidas de aceite por frutos adheridos, como una relación porcentual entre el número de racimos mal desfrutados identificados y el número total de racimos contados en cada muestreo. Se sugiere que esta variable sea evaluada diariamente.

El muestreo de tusas se desarrolla como se describe a continuación:

- En la banda transportadora, a la salida del o de los equipos desfrutadores, contar el paso consecutivo de 100 tusas. Durante el conteo, identificar los racimos mal desfrutados normales y anormales.
- Registrar el número de racimos mal desfrutados normales y anormales en el formato.

Nota: Otra forma de cuantificar los racimos mal desfrutados es llevando un control del número de vagonetas con racimos mal desfrutados reprocesados durante el día, con respecto al flujo total de tusa diario registrado en el proceso. Para ello se requiere contar previamente con el peso promedio de una vagoneta con tusa.

Expresión de los resultados

Los racimos mal desfrutados se expresan como una relación porcentual con respecto a una muestra de 100 tusas en la banda transportadora, y es igual a:

$$\% \text{ Racimos mal desfrutados normales} = \frac{\text{Número racimos mal desfrutados normales}}{\text{Racimos evaluados (100)}} * 100$$

$$\% \text{ Racimos mal desfrutados anormales} = \frac{\text{Número racimos mal desfrutados anormales}}{\text{Racimos evaluados (100)}} * 100$$

Racimos mal desfrutados

Control de proceso

Contar el paso de 100 tusas (fracciones de tusa) a la salida del desfrutador.

Durante el conteo identificar aquellas que estén mal desfrutadas

separar tusas identificadas como racimos mal desfrutados normales y anormales.

Contar y registrar en el formato respectivo



Realizar cálculos como:

$$\% \text{ Racimos mal desfrutados normales} = \frac{\text{Número racimos mal desfrutados normales}}{\text{Racimos evaluados (100)}} * 100$$

$$\% \text{ Racimos mal desfrutados anormales} = \frac{\text{Número racimos mal desfrutados anormales}}{\text{Racimos evaluados (100)}} * 100$$

Figura 23. Diagrama de flujo para evaluación de racimos mal desfrutados.

Rotura en torta de prensa

(CenML-S3-CP3)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la cuantificación de las nueces que se rompen en el proceso de extracción del aceite con respecto al total de nueces contenidas en la torta de prensas (Figura 24).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Nueces rotas:** hace referencia a aquellas nueces presentes en la torta de prensas, que han sufrido fracturas durante el proceso de prensado y cuya almendra se encuentra parcial o totalmente adherida a la cáscara.
- **Nueces enteras:** aquellas nueces presentes en la torta de prensas y que no han sufrido fracturas durante el prensado.
- **Cáscaras libres:** hace referencia a las porciones de cáscaras presentes en la torta de prensas y que han sido liberadas por la rotura de nueces en el proceso de prensado.
- **Almendras libres:** hace referencia a las almendras contenidas en la torta de prensas, procedentes de las nueces que se rompen durante el proceso de prensado.

Principio

Una muestra de torta de prensa es analizada, separando almendras libres, nueces enteras, nueces rotas, cáscaras libres y fibra. Posteriormente, estos materiales se pesan.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa, de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica.
- Bandeja.
- Recipientes plásticos.
- Martillo.

Muestreo

El análisis de rotura en la torta de prensas constituye una herramienta para el control de pérdidas de aceite y de almendra. Este análisis, unido a las evaluaciones de pérdida de aceite en fibra ciclónica, permite determinar los requerimientos de calibración en los equipos de separación neumática de fibras y nueces. Para la evaluación de rotura en torta de prensas puede aprovecharse la muestra tomada para la evaluación de contenido de aceite impregnado en fibras.

El muestreo de fibras se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia

de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- A la salida de cada una de las prensas, haciendo uso de los guantes, tomar una muestra de aproximadamente 300 gramos de torta de prensas. Esta porción debe corresponder a la suma de muestras tomadas en los dos extremos laterales de la salida de la prensa y la parte central de la misma, con el fin de que la muestra obtenida contenga la variación existente por efecto de la diferencia de presión ejercida en diferentes puntos del cuerpo de la prensa.
- Depositar la muestra de torta en un recipiente con tapa.
- Repetir este procedimiento para cada una de las prensas en operación y cada hora durante el día de proceso, cuidando de mantener debidamente tapados los recipientes, para evitar pérdidas de humedad.
- Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente la torta de prensas contenida en cada uno de los recipientes, cuidando que el polvillo no se separe del resto de la muestra. Cuartear hasta obtener una muestra de aproximadamente 500 gramos.
- Llevar las muestras al laboratorio para realizar la determinación del contenido de la rotura de nueces. Con el propósito de evitar confusiones, se recomienda marcar los recipientes en los que se almacenan y transportan las muestras.

Procedimiento

- Pesar en la balanza un recipiente vacío, limpio y seco. Registrar su peso en el formato.
- Homogenizar suavemente y cuartear la muestra hasta obtener 400 gramos. Pesar y registrar el peso en el formato respectivo.
- Volcar la muestra en una bandeja o en una superficie limpia, separar nueces enteras, nueces rotas, almendras libres y cáscaras. Se deben separar las almendras a partir de aproximadamente 2 milímetros de diámetro.
- Pesar separadamente cada material (componente). Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de rotura en torta de prensas, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso recipiente limpio	gramos	Rec
g	Peso muestra	gramos	MHúmeda
i	Peso almendras libres	gramos	Alm
i	Peso nueces rotas	gramos	NR
i	Peso nueces enteras	gramos	NE
l	Peso cáscaras libres	gramos	Cásc

Expresión de los resultados

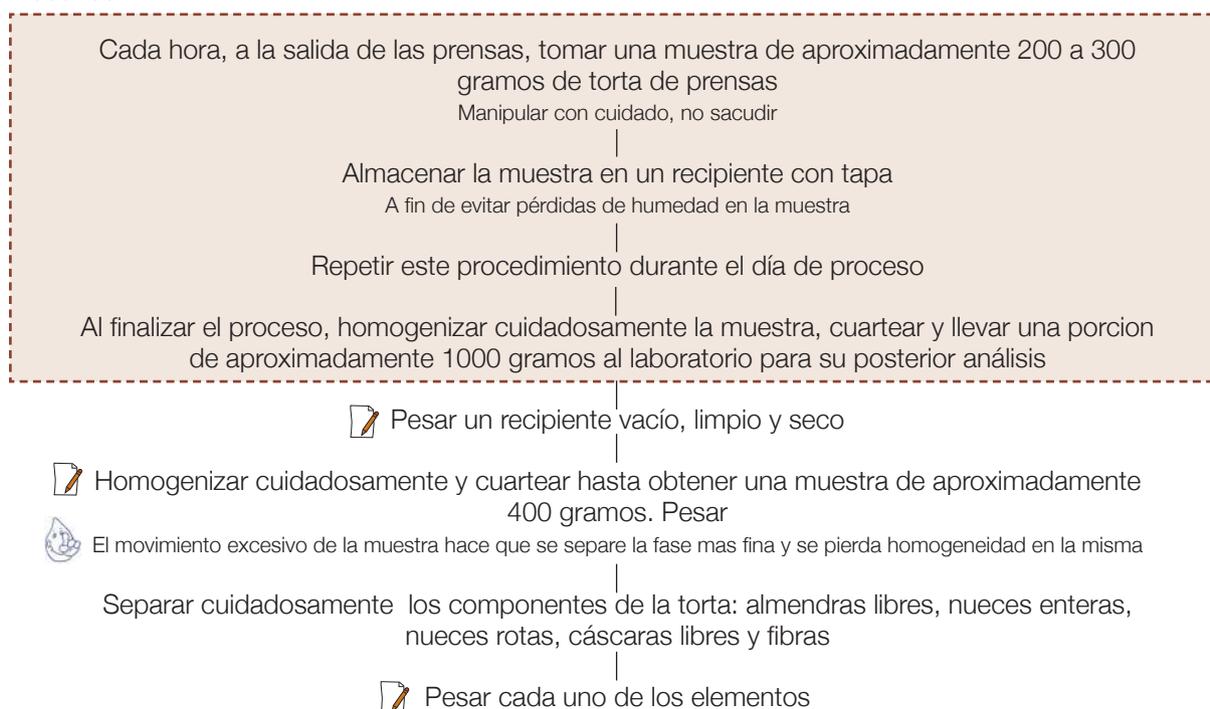
La rotura en torta de prensas se expresa como porcentaje másico y relaciona las nueces rotas con respecto al total de nueces presentes en la torta de prensas. Es igual a:

$$\% \text{ Roturas en torta de prensas} = \frac{\text{Alm} + \text{NR} + \text{Cásc}}{\text{Alm} + \text{NR} + \text{Cásc} + \text{NE}} * 100$$

Rotura en torta de prensas

Control de proceso

Muestreo



Ejemplo: Porcentaje de rotura en torta de prensas

Datos	
Peso recipiente vacío (g)	107,437
Peso muestra (g)	400,284
Peso almendra libre (g)	9,705
Peso nuez entera (g)	178,154
Peso nuez rota (g)	17,755
peso cáscaras libres (g)	6,550

$$\% \text{ Roturas en torta de prensas} = \frac{\text{Alm} + \text{NR} + \text{Cásc}}{\text{Alm} + \text{NR} + \text{Cásc} + \text{NE}} * 100$$

$$\% \text{ Roturas en torta de prensas} = \frac{9,705 + 17,755 + 6,550}{9,705 + 17,755 + 6,550 + 178,154} * 100 = 16,03\%$$

Figura 24. Diagrama de flujo para la evaluación de rotura en torta de prensas.

Rotura en mezcla triturada

(CenML-S3-CP4)

Alcance

En esta prueba se especifica la metodología para la cuantificación de las nueces que pasan enteras luego del proceso de rompimiento de nueces, con respecto al total de nueces contenidas en el flujo de alimentación a los equipos rompedores (Figura 25).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma (1999). Ha sido ajustado de acuerdo con las condiciones actuales de operación de las plantas de beneficio y los resultados obtenidos de investigaciones desarrolladas por Cenipalma en el tema.

Términos y definiciones

Para los propósitos de esta metodología, se aplican las siguientes definiciones:

- **Mezcla triturada:** hace referencia al flujo resultante del proceso de trituración de nueces. Está constituido por cáscaras libres, almendras libres, nueces rotas y nueces enteras.
- **Nueces rotas:** hace referencia a aquellas nueces presentes en la mezcla triturada, que han sufrido una rotura parcial durante el proceso de trituración y cuya almendra se encuentra parcial o totalmente adherida a la cáscara.
- **Nueces enteras:** aquellas nueces presentes en la mezcla triturada y que no han sido rotas durante el proceso de trituración.
- **Cáscaras libres:** hace referencia a las porciones de cáscaras presentes en la mezcla triturada, producto de la trituración de las nueces.
- **Almendras libres:** hace referencia a las almendras

contenidas en la mezcla triturada, procedentes de las nueces que se rompen durante el proceso de trituración.

Principio

Una muestra de mezcla triturada es analizada, separando las almendras libres, nueces enteras, nueces rotas, cáscaras libres y fibra. Después, estos materiales se pesan.

Elementos, materiales y equipos

Para muestreo:

- Recipiente plástico o metálico con tapa, de un tamaño adecuado para contener las muestras recopiladas durante el día.
- Guantes.

Para procedimiento:

- Balanza analítica.
- Bandeja.
- Recipientes plásticos.

Muestreo

El análisis de rotura en la mezcla triturada constituye una herramienta para el control de impurezas (calidad) y pérdidas de almendra. Debido a la alta heterogeneidad en la composición de la mezcla y su variabilidad, se recomienda ser rigurosos en el muestreo.

El análisis de rotura en mezcla triturada proveniente de rompedores se realiza de forma acumulativa durante un día de proceso, con frecuencia de una hora, y se desarrolla como se describe a continuación:

- a. A la salida de cada uno de los rompedores de nueces, tomar una muestra de aproximadamente 300 gramos de torta de prensas.
- b. Depositar la muestra de mezcla triturada en un recipiente con tapa.
- c. Repetir este procedimiento cada hora, para

cada uno de los equipos rompedores en operación, durante el día de proceso.

- d. Al finalizar el turno designado, homogenizar cuidadosamente la mezcla triturada contenida en cada uno de los recipientes; cuartear hasta obtener una muestra de aproximadamente 500 gramos.
- e. Llevar las muestras al laboratorio para determinar el contenido de la rotura de nueces. Se recomienda marcar los recipientes en los que se almacenan y transportan las muestras, con el fin de evitar confusiones.

Procedimiento

- f. Pesarse un recipiente vacío, limpio y seco en la balanza. Registrar su peso en el formato.
- g. Homogenizar suavemente y cuartear la muestra hasta obtener 400 gramos. Pesarse y registrar el peso en el formato respectivo.
- h. Volcar la muestra en una bandeja o en una superficie limpia, separar nueces enteras, nueces rotas, almendras enteras, almendras rotas y cáscaras. Se deben separar las almendras a partir de aproximadamente 2 milímetros de diámetro.
- i. Pesarse separadamente cada material. Registrar el peso en el formato respectivo.

Tabla de abreviaturas

Con el fin de facilitar el cálculo del porcentaje de rotura en mezcla triturada, la siguiente tabla muestra el resumen de los valores que deben ser registrados durante la aplicación de esta metodología, el numeral en el que aparecen y su respectiva abreviatura.

Numeral	Variable registrada	Unidad	Abreviatura
f	Peso recipiente limpio	gramos	Rec
g	Peso muestra	gramos	MHúmedo
i	Peso almendras libres	gramos	Alm
i	Peso nueces rotas	gramos	NR
l	Peso nueces enteras	gramos	NE
l	Peso cáscaras libres	gramos	Cásc

Expresión de los resultados

La rotura en mezcla triturada se expresa como porcentaje másico y relaciona las nueces rotas con respecto al total de nueces presentes en la mezcla triturada. Es igual a:

$$\% \text{ Roturas en Mezcla triturada} = \frac{MHúmedo - NR - NE}{MHúmedo} * 100$$

Adicionalmente, se cuantifica el porcentaje de nueces sin romper en la mezcla triturada como:

$$\% \text{ Nueces sin romper} = \frac{NR + NE}{MHúmedo} * 100$$

Nota: a partir de la misma muestra evaluada para determinar la rotura en mezcla triturada, es posible analizar el porcentaje de almendras rotas. El rompimiento excesivo de almendras durante la trituración va en detrimento de la calidad de la almendra y contribuye al aumento de ácidos grasos libres (AGL) en la misma.

Durante el procedimiento de análisis, separar en las almendras libres aquellas que están enteras y las que están rotas. Pesarse independientemente cada una de ellas.

El porcentaje de almendras rotas se calcula como:

$$\% \text{ Almendras rotas} = \frac{\text{Almendra rota}}{\text{Almendra rota} + \text{Almendra entera}} * 100$$

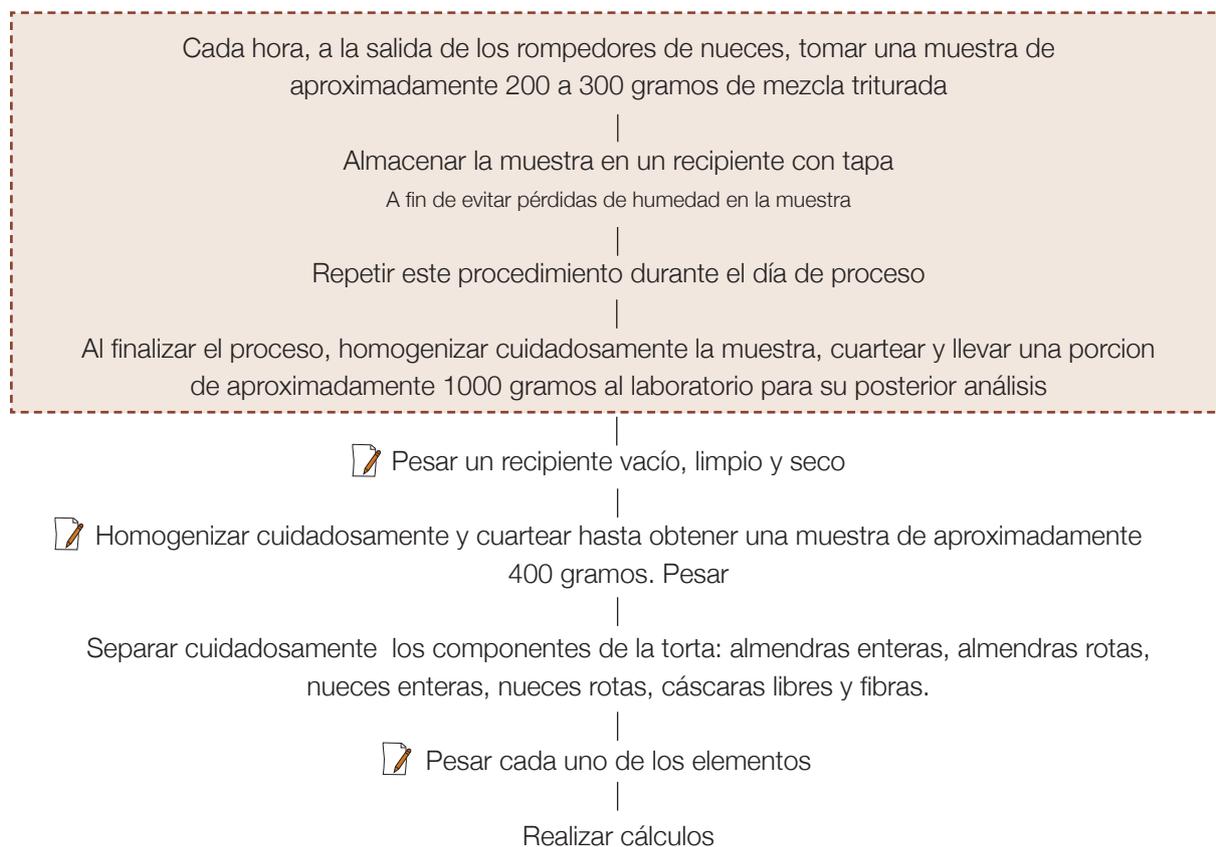
Donde:

$$\text{Almendras libres} = \text{Almendra rota} + \text{Almendra entera}$$

Rotura en mezcla triturada

Control de proceso

Muestreo



Ejemplo: Porcentaje de rotura en mezcla triturada

Datos	
Peso recipiente vacío (g)	99,518
Peso muestra (g)	400,173
Peso almendra libre (g)	202,034
Peso nuez entera (g)	0,907
Peso nuez rota (g)	13,544
peso cáscaras libres (g)	183,515

$$\% \text{ Rotura en Mezcla triturada} = \frac{MHúmedo - NR - NE}{MHúmedo} * 100 = \frac{400,173 - 13,544 - 0,907}{400,173} * 100 = 96,38\%$$

$$\% \text{ Nueces sin romper} = \frac{NR - NE}{MHúmedo} * 100 = \frac{0,907 + 13,544}{400,173} * 100 = 3,61\%$$

Figura 25. Diagrama de flujo para la evaluación de rotura en mezcla triturada.

Histograma de nueces

(GenML-S3-CP5)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la clasificación de las nueces por tamaños (Figura 26).

Documentos de referencia

Este procedimiento está basado en el descrito en la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999).

Términos y definiciones

Para los efectos de esta metodología, se aplican la siguiente definición:

- **Histograma:** distribución de un conjunto de medidas de diámetro, expresado de forma gráfica para facilitar la identificación de patrones en las características de las nueces procesadas en las plantas de beneficio, y de requerimiento de ajuste en los equipos de la sección de palmistería.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza de plato con capacidad para 2.500 g.
- Clasificador de tamaño con plantilla para nueces entre 5 y 30 mm.
- Recipientes.

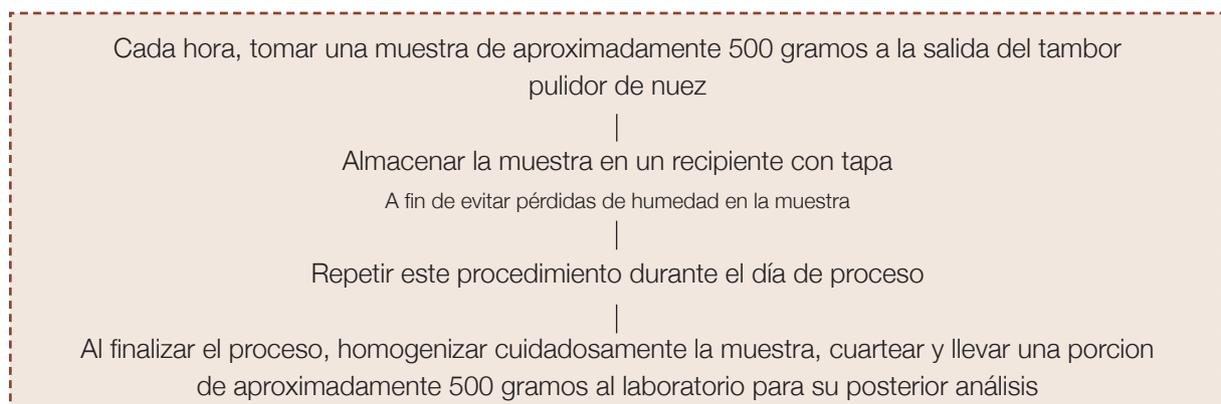
Muestreo

En lo posible, el período de muestreo para este análisis debe ser como mínimo durante el tiempo que dura el ciclo de la cosecha, para cubrir la totalidad del fruto que normalmente es procesado

Histograma de nueces

Control de proceso

Muestreo



durante este periodo en la planta de beneficio. Se debe proceder de la siguiente manera:

- Cada hora tomar una muestra de 500 g de las nueces a la salida del tambor pulidor y acumularla en un recipiente con tapa.
- Al finalizar el día de proceso, homogenizar la muestra y cuartear hasta obtener una muestra final de 500 gramos.

Procedimiento

- En el laboratorio, pasar cada una de las nueces por la plantilla o clasificador. Almacenar las nueces ubicadas en cada tamaño de abertura.
- Pesar cada una de las fracciones correspondientes a cada tamaño y registrar estos valores en el formato respectivo.
- Este procedimiento se realiza diariamente durante la totalidad del tiempo de muestreo. Al finalizar este lapso, totalizar los pesos registrados diariamente de acuerdo con el tamaño de las nueces.

Expresión de los resultados

Tabular los resultados como relación porcentual entre el peso de las nueces de cada tamaño con respecto al peso total de nueces, como:

$$\% \text{ Tamaño A} = \frac{\text{Peso nueces tamaño A}}{\text{Peso total nueces}} * 100$$

Presentar los resultados como distribución de barras, donde la abscisa corresponde a los diámetros medios de la plantilla o clasificador de nueces y la ordenada corresponde a porcentaje de participación.

Pasar cada una de las mallas por la serie de tamices o un clasificador de tamaños



Estos tamices y/o clasificadores deben mantener una relación de $\sqrt{2}$ entre el área de abertura de la malla y la inmediatamente más pequeña. Para diámetros intermedios la relación es de $4/\sqrt{2}$.



Pesar las nueces obtenidas en cada una de las mallas

Realizar cálculos

Ejemplo: Elaboración de un histograma de nueces

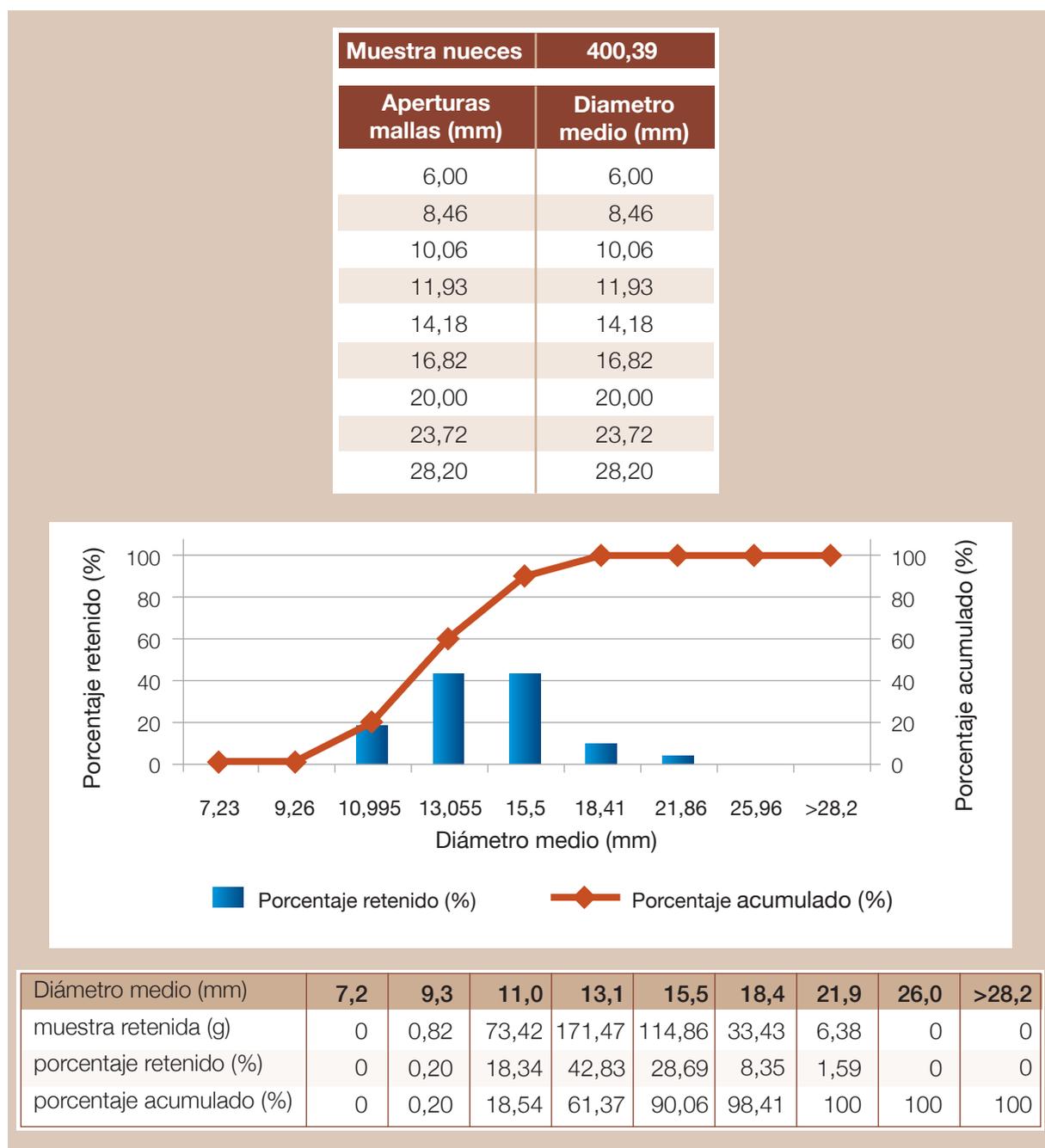


Figura 26. Diagrama de flujo para la elaboración de histograma de nueces.

Capítulo 4

Análisis de aguas y preparación de reactivos (CenML – S4)



Análisis de aguas residuales

Alcalinidad (CenML-S4-AR1)

Alcance

Esta prueba específica la metodología para la determinación de alcalinidad total en aguas residuales.

Generalidades

1. La alcalinidad en el agua es la medida de la capacidad de neutralizar los ácidos, y es debida principalmente a sales de ácidos débiles y/o bases fuertes.
2. Se considera que toda la alcalinidad se debe a iones carbonatas, bicarbonatos e hidróxidos, suponiendo la ausencia de otros ácidos débiles de origen orgánico e inorgánico.
3. Estas sustancias actúan como amortiguadoras para resistir la caída del pH, resultante de la adición de ácidos.
4. En esta valoración puede influir la presencia de boratos, fosfatos o silicatos.
5. Este valor es muy importante en el control de los procesos del tratamiento de aguas naturales y residuales.
6. La muestra no debe presentar altos niveles de turbiedad que impidan apreciar el punto final de la titulación. En estos casos, se utiliza un equipo de medición de pH para controlar la adición de reactivo, hasta los pH indicados en el procedimiento.
7. Al determinar la alcalinidad para muestras con sólidos suspendidos es necesario centrifugarlas o dejarlas reposar para que los sólidos se asienten. Todas las muestras se deben mantener refrigeradas y deben ser analizadas con la mayor brevedad posible.
8. Las muestras se recolectan en botellas de polietileno o vidrio borosilicatado; deben llenarse completamente y taparse bien, debido a que las muestras de aguas residuales pueden estar sujetas a la acción microbiana y/o a la pérdida o ganancia de bióxido de carbono u otros gases.

Reactivos

- Agua destilada.
- Ácido sulfúrico 0.1 N.
- Solución standard de carbonato de sodio 0.1 N.

- Indicador de pH 8.3 (fenolftaleína al 1% en etanol)
- Indicador de pH 4.5 (naranja de metileno).
- Tiosulfato de sodio 0.1 N.
- Solución tituladora de ácido sulfúrico 0.02 N.

Elementos, materiales y equipos

- Potenciómetro para medir pH.
- Bureta de 50 ml.
- Soporte con base aporcelanada.
- Pipetas aforadas de 25, 50 y 100 ml.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Centrífuga de cabezal flotante.
- Plancha de agitación.
- Agitador magnético.

Procedimiento

1. Llenar a ras con la muestra el frasco de polietileno y taparlo herméticamente.
2. La muestra debe tomarse cuando hayan transcurrido varias horas de bombeo de efluente desde la planta.
3. Llenar la bureta de 50 ml con solución tituladora de ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.02 N.
4. Medir el volumen apropiado de muestra según el intervalo de alcalinidad esperado con la ayuda de la respectiva pipeta volumétrica (Tabla 7).

Tabla 7. Volumen de muestra de acuerdo con la alcalinidad esperada para análisis de alcalinidad en aguas residuales

Volumen muestra (ml)	Alcalinidad (ppm CaCo3)
100	0-250
50	25-500
25	501-1000

5. Vaciar el volumen de la muestra en un erlenmeyer de 250 ml.
6. Si se conoce la presencia de cloro residual, remuévalo agregando una gota de solución de tiosulfato de sodio 0.1 N.
7. Añadir cinco gotas de solución indicadora de fenolftaleína al erlenmeyer y mezclar bien.
8. Si la muestra se torna rosada, hay alcalinidad por carbonatos o hidróxidos ($pH > 8$). Si permanece incolora, ejecute el siguiente paso.
9. Añadir al erlenmeyer cinco gotas de indicador naranja de metilo.

10. Introducir en el erlenmeyer un agitador magnético, colocando el frasco sobre la plancha de agitación.
11. Añadir lentamente la solución tituladora de 0.02 N, agitando constantemente hasta que el color rosado desaparezca (pH=8,3). Registrar el volumen en ml de ácido consumido, el cual se llamará F, en forma abreviada.
12. Titular de nuevo con H₂SO₄ 0.02 N hasta que el color azul cambie a amarillo (pH = 4,5).
13. Registrar el volumen de ácido consumido en esta titulación y sumárselo al valor obtenido en el punto F. Este resultado se llamará M, abreviadamente.

Expresión de los resultados

Calcular los valores de:

F = Alcalinidad a la fenolftaleína (ppm CaCO₃)

M = Alcalinidad total (ppm CaCO₃)

De acuerdo con las siguientes relaciones:

$$F = \frac{\text{mL H}_2\text{SO}_4 \text{ 0,02 N consumidos (F)} * 0,02 * 50000}{\text{mL de muestra}}$$

$$M = \frac{\text{mL H}_2\text{SO}_4 \text{ 0,02 N consumidos (M)} * 0,02 * 50000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

50.000 = constante de asociación al carbonato de calcio

0.02 = concentración del H₂SO₄

Reportar los resultados de la alcalinidad de acuerdo con la Tabla 8.

Ácidos grasos volátiles (método de destilación) (CenML-S4-AR2)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de ácidos grasos volátiles (AGV) en aguas residuales.

Generalidades

1. El proceso de digestión anaerobio en la fase acidogénica involucra la producción de grandes cantidades de ácidos grasos volátiles (AGV) en el reactor, lo cual puede llevar a caídas de pH, a rangos en los cuales la actividad metanogénica es seriamente inhibida.
2. Esta técnica utiliza el método empírico por destilación, el cual tiene que llevarse a cabo como se describe a continuación. Este análisis es rutinario para el control del proceso en el sistema.
3. El ácido sulfúrico es extremadamente peligroso; por consiguiente, se aconseja utilizar gafas de laboratorio y gafas de seguridad para la protección del personal. Asimismo, extremar las precauciones para evitar accidentes.
4. Nunca se debe pipetear con la boca este ácido; utilice siempre la pera universal de goma.

Reactivos

- Ácido sulfúrico 1:1 (volumen/volumen)
- Hidróxido de sodio 0.1 N
- Solución indicadora de fenolftaleína al 1% en etanol al 95%

Elementos, materiales y equipos

- Centrífuga de laboratorio con cabezal flotante.

Tabla 8. Reporte de los diferentes tipos de alcalinidad, de acuerdo con los resultados de la titulación

Resultado de la titulación	Alcalinidad por hidróxidos com CaCo3	Alcalinidad por carbonatos com CaCo3	Alcalinidad por carbonatos com CaCo3
F=0	0	0	M
F<1/2M	0	2F	M-2F
F=1/2M	0	2F	0
F>1/2M	2F M	2(M-F)	0
F=M	M	0	0

- Sistema de destilación de arrastre por vapor conformado de:
 - Balón de 500 ml fondo plano con boca esmerilada.
 - Condensador intensivo de aproximadamente 76 cm de largo.
- Balones aforados de 100, 250 y 1.000 ml.
- Probeta de 250 ml.
- Bureta de 25 ml.
- Pipetas de 10 ml
- Peras de goma universales.

Procedimiento

1. Tomar un recipiente plástico con muestra de aproximadamente 1.000 ml, llenarlo a ras y taparlo herméticamente.
2. Centrifugar 200 ml de muestra por 5 minutos a 3.000 rpm o dejar reposar por 30 minutos hasta que se asienten los sólidos.
3. En un balón de destilación de 500 ml separar 100 ml de sobrenadante, medidos con una pipeta aforada del mismo volumen.
4. En otra pipeta aforada, medir 100 ml de agua destilada y añadirlos al balón de destilación.
5. Agregar de 4 a 5 perlas de vidrio o de ebullición para prevenir salpicaduras.
6. En una pipeta volumétrica, medir 5 ml de ácido sulfúrico 1:1 y agregarlos muy lentamente al balón de destilación, preferiblemente por las paredes del mismo.
7. Agitar el balón suavemente para evitar que el ácido quede en el fondo del balón.
8. Conectar el balón al aparato de destilación por arrastre de vapor.
9. Abrir el paso de agua y encender la estufa.
10. Destilar a una tasa de aproximadamente 5 ml/minuto, hasta recoger en un vaso de precipitados (beaker) 150 ml de destilado.
11. Una vez recogido este volumen, agregar de 3 a 4 gotas de fenolftaleína al destilado.
12. Titular con hidróxido de sodio 0.1 N, tomando como punto final de la valoración la aparición de un color rosado que permanezca por 10 segundos.

Expresión de los resultados

Calcule la concentración de los ácidos grasos volátiles como ácido acético, mediante la siguiente relación:

$$AGV (\text{ácido acético}) = \frac{mL \text{ NaOH } 0,1 \text{ N consumido} * 60000 * 0,1}{mL \text{ de muestra} * 0,7}$$

Ácidos grasos volátiles (método volumétrico) (CenML-S4-AR3)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de ácidos grasos volátiles (AGV) en aguas residuales.

Generalidades

1. El proceso de digestión anaerobio en la fase acidogénica involucra la producción de grandes cantidades de ácidos volátiles (AGV) en el reactor, lo cual puede llevar a caídas de pH, a rangos en los cuales la actividad metabólica es seriamente inhibida.
2. En esta técnica, los AGV son convertidos desde su forma ionizada hasta su forma disociada a pH neutros. Los equivalentes de AGV se calculan a partir del volumen de ácido utilizado en la titulación.

Reactivos

- Ácido clorhídrico (HCl) 0.1 N
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Sistema de condensación por reflujo.
- Balón de 500 ml con boca esmerilada.
- Centrífuga de cabezal flotante.
- Pipeta aforada de 100 ml.
- Potenciómetro para medir pH.
- Bureta de 50 ml.

Procedimiento

1. En un recipiente plástico, tomar una muestra del agua residual; llenar a ras el frasco y taparlo herméticamente.
2. Centrifugar 200 ml de muestra por cinco minutos a 3.000 revoluciones por minuto.
3. En un matraz aforado de 100 ml, medir un volumen de 50 ml de muestra sobrenadante.
4. Completar a 100 ml de agua destilada.
5. Si el pH es > 6.5, añadir HCl 0.1 N hasta pH = 6.5. No tener en cuenta este volumen de ácido consumido para los cálculos.
6. Bajar el pH = 6.5 hasta pH = 3.0, registrando el volumen consumido de HCl 0.1 N.
7. Traspasar la muestra al balón de 500 ml.
8. Conectar el balón al condensador.
9. Abrir el paso del agua.
10. Encender la estufa y llevar la muestra a ebullición por tres minutos.

11. Separar cuidadosamente el balón del condensador y dejarlo enfriar por dos minutos.
12. Titular con NaOH 0.1 N hasta alcanzar un pH de 6.5.
13. Registrar este valor en el formato respectivo.

Expresión de los resultados

Calcule la concentración de los ácidos grasos volátiles como ácido acético mediante la siguiente relación:

$$AGV \text{ (PPM ácido acético)} = \frac{mL \text{ NaOH consumidos} * 0,1 * 1000}{mL \text{ de muestra}}$$

Capacidad búfer (CenML-S4-AR4)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación de la capacidad búfer o de amortiguamiento del sistema.

Generalidades

1. La operación eficiente de un reactor anaerobio implica el control en el digestor de una adecuada capacidad búfer del sistema
2. La capacidad amortiguadora de un sistema acuoso, incluidas las aguas residuales, está dada por la existencia en el agua de compuestos carbonatados que impiden fluctuaciones bruscas de pH.
3. En un reactor anaerobio, esa capacidad amortiguadora puede ser sobrepasada cuando por sobrecargas del sistema ocurre una alta producción de AGV.
4. El método se fundamenta en dos titulaciones a valores de pH de 5.75 y 4.3. La selección del pH de 5.75 busca cuantificar la capacidad búfer útil del sistema, representada como alcalinidad bicarbonática, ya que a este pH el 80% del HCO₃ presente en soluciones acuosas se ha convertido en CO₂ por acción de la titulación con ácido, e igualmente menos del 20% de los AGV son cuantificados.
5. Este método propone utilizar la relación AGV/ABV (donde AGV son los ácidos grasos volátiles y ABV la alcalinidad bicarbonática verdadera), como parámetros de control. Un sistema búfer tendrá una adecuada capacidad cuando esta relación sea próxima a 0.20. A nivel práctico se han encontrado reactores anaerobios cuyo sistema empieza a acidificarse por encima de 0.35.

Reactivos

- Ácido clorhídrico HCl 0.1 N o ácido sulfúrico H₂SO₄ 0.1 N

Elementos, materiales y equipos

- Centrífuga de laboratorio con cabezal flotante.
- Potenciómetro para pH.
- Pipeta aforada de 50 ml.
- Vaso de precipitado de 250 ml forma baja.
- Plancha de agitación.
- Agitador magnético.

Procedimiento

1. En un recipiente plástico, tomar una muestra del agua residual; llenar a ras el frasco y taparlo herméticamente.
2. Centrifugar 200 ml de muestra por cinco minutos a 3.000 revoluciones por minuto.
3. En una pipeta aforada, medir 50 ml de efluente centrifugado.
4. Medir el pH de la muestra con el potenciómetro.
5. Agregar ácido clorhídrico gota a gota, midiendo al mismo tiempo el pH hasta alcanzar un valor en el potenciómetro de 5.75.
6. Registrar el valor consumido hasta alcanzar el pH de 5.75 indicado.
7. Sobre la misma muestra, seguir agregando HCl hasta alcanzar un pH 4.3 en el potenciómetro.
8. Registrar el volumen de ácido consumido.
9. La diferencia entre el volumen gastado para la titulación de la muestra hasta 4.3 en el potenciómetro pH y el volumen gastado para la titulación de la muestra a pH 5.75, será el volumen consumido por los AGV presentes.

Expresión de los resultados

A pH = 4.30 alcalinidad total (AT)

A pH = 5.75 alcalinidad bicarbonática verdadera (AGV)

Aplicar las siguientes relaciones:

$$AVB \text{ (meq)} = \frac{mL \text{ HCL consumidos (pH = 5,75)} * 0,1 * 1000}{mL \text{ de muestra}}$$

$$AA = \pi r^2$$

$$AT \text{ (meq)} = \frac{mL \text{ HCL consumidos (pH = 4,30)} * 0,1 * 1000}{mL \text{ de muestra}}$$

$$AGV (meq) = \frac{(mL \text{ pH} = 4,30) - (mL \text{ pH} = 5,75) * 0,1 * 1000}{mL \text{ de muestra}}$$

$$AGV (meq) = \frac{AGV}{ABV}$$

Demanda química de oxígeno (DQO)

(CenML-S4-AR5)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación de la demanda química de oxígeno en aguas residuales.

Generalidades

1. El ensayo de laboratorio de la demanda química de oxígeno mide el equivalente en oxígeno de la fracción de materia orgánica presente en la muestra, que es susceptible de oxidación en medio ácido por parte del dicromato de potasio.
2. La DQO representa un valor casi límite de posibilidad de oxidación total de un residuo; por ello generalmente el valor de la DBO última o la DBO₂₀ se debe aproximar a la DQO.
3. Una de las principales limitaciones del análisis de DQO es la incapacidad de diferenciar entre materia orgánica biológicamente oxidable y materia inorgánica biológicamente inerte. Además, no permite medir la velocidad con la que se estabilizará la materia biológicamente oxidable en condiciones normales. Sin embargo, la mayor ventaja de la DQO es el corto tiempo que requiere la determinación: unas tres horas en comparación con los cinco días que demora la DBO.
4. La demanda química de oxígeno es útil para determinar las diluciones necesarias en el ensayo de demanda bioquímica de oxígeno. Este parámetro es importante en estudios de corriente de agua y aguas residuales industriales, así como en el control de plantas de tratamiento de aguas residuales.
5. En ausencia de un catalizador, el método puede fallar y no incluir algunos compuestos orgánicos (como ácido acético), que son biológicamente valorables para los organismos que están presentes en los ríos, mientras que incluye algunos compuestos biológicos (como celulosa) que no son parte de la carga de una demanda bioquímica en el oxígeno disponible del agua receptora. Una porción de compuestos carbonáceos o nitrogenados puede ser incluida en la DQO, pero no hay reducción del dicromato por el amoníaco liberado de material proteínico.
6. Con ciertas aguas residuales que contienen sustancias tóxicas, esta prueba o una determinación de carbono orgánico total puede ser la única forma fácil de evaluar la carga orgánica. En el caso de las aguas residuales de nutrientes orgánicos y materia no tóxica para las bacterias, los resultados pueden ser usados para aproximar los valores de DQO, debido a material carbonáceo.
7. Es importante usar la misma técnica todas las veces que se efectúe la determinación de DQO, debido a que en la prueba se incluye solo una porción de materia orgánica, la que depende del oxidante químico empleado, la estructura de los componentes orgánicos y la forma de manipular la muestra.
8. El método de reflujo con dicromato ha sido seleccionado para efectuar esta prueba, por las ventajas que ese producto tiene sobre otros oxidantes, tales como su poder oxidante y su fácil aplicación a una amplia variedad de muestras.
9. Para propósitos de control, la prueba encontrará su mejor uso después que se hayan obtenido los datos y sean correlacionados con otros parámetros importantes.
10. La mayoría de tipos de material orgánico son destruidos mediante ebullición con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico. En una muestra sometida a reflujo con cantidades conocidas de dicromato de potasio y ácido sulfúrico, el exceso de dicromato se titula con sulfato amónico ferroso y la cantidad de materia orgánica titulada se transforma en equivalentes de oxígeno, lo cual es proporcional al dicromato de potasio consumido.
11. En la prueba interfieren las cadenas normales de compuestos alifáticos, hidrocarburos aromáticos y piridina, si están presentes en un grado apreciable. Los compuestos de cadena normal son oxidados más efectivamente cuando se adiciona sulfato de plata como catalizador, aun cuando el sulfato de plata reacciona con los cloruros y bromuros, para producir precipitados que son oxidados solo parcialmente en el procedimiento. Los nitritos ejercen a DQO de 1,1 mg/mg N,

pero rara vez exceden de 1 ó 2 ppm en aguas poluidas, y su interferencia es ignorada por considerarla insignificante. La interferencia debida a nitritos se puede eliminar adicionando 10 mg de ácido sulfámico/mg de nitrito-N en el frasco de reflujo. Esta adición debe ser considerada en el testigo de agua destilada.

Con solución concentrada de dicromato se pueden determinar valores con DQO de 50 ppm o más, y con la solución diluida de dicromato se determinan los valores menores de 10 ppm. Estos son menos precisos pero indican el orden de magnitud.

12. Cuando se utilizan muestras de diferente tamaño a la de 50 ml, se recomienda mantener la relación de los distintos compuestos en la solución de ácido sulfúrico y dicromato de potasio.
13. La duración de reflujo puede variar si se ha visto que la oxidación se completa en menos tiempo. El tiempo aconsejado por los manuales de técnicas estándar es de dos horas de reflujo. El DQO terminal se estima que se alcanza en un reflujo de siete horas.

Reactivos

- Dicromato de potasio 0.25N
- Sulfato de plata en ácido sulfúrico
- Solución tituladora de sulfato ferroso amónico (FAS) 0.25N
- Solución indicadora de ferroína
- Sulfato de mercurio en cristales

Elementos, materiales y equipos

- Equipo de reflujo conformado por:
 - Matracas fondo plano de 500 ml.
 - Condensador de 300 ml tipo Wuest.
- Perlas de vidrio para ebullición
- pipetas aforadas de 5 y 25 ml.
- Pipetas graduadas de 5, 10 y 25 ml.
- Balón aforado de 1 litro.
- Bureta de 50 ml.

- Estufa eléctrica.
- Agitador magnético.
- Plancha de agitación.

Muestreo y almacenamiento

Primero se deben homogeneizar en una licuadora las muestras que contienen sólidos sedimentables, para obtener una muestra representativa. Se preserva la muestra con ácido sulfúrico. Se hacen diluciones iniciales en un frasco volumétrico para aguas residuales que tienen un alto contenido de DQO. Esto con el fin de reducir el error de la medida de pequeños volúmenes.

Procedimiento

1. En un recipiente plástico tomar una muestra del agua residual; llenar a ras el frasco y taparlo herméticamente.
2. De acuerdo con el DQO, diluir la muestra con agua destilada siguiendo la Tabla 9.
3. Estas diluciones deben ser verificadas para cada planta de beneficio, de acuerdo con la experiencia.
4. Con una pipeta aforada, medir los 10 ml de la dilución que se ha de analizar y depositarlos en el balón de destilación.
5. Agregar al balón 0,2 g de sulfato de mercurio (HgSO_4).
En todo caso, las cantidades de reactivos usados se deben ajustar de acuerdo con la Tabla 10.
6. Depositar aproximadamente 10 perlas de ebullición para prevenir salpicaduras al balón con la muestra.
7. Medir el volumen requerido de sulfato de plata en ácido sulfúrico, en la probeta adecuada.
8. Verter unos 5 ml de la solución de sulfato de plata en ácido sulfúrico, muy lentamente, por las paredes del balón. Tener siempre precaución, pues esta reacción es bastante exotérmica; disolver con cuidado el AgSO_4 agregado.

Tabla 9. Dilución de la muestra según la DQO esperada

DQO Esperado (PPM O_2)	Volumen de la muestra en ml	Volumen de agua a diluir en ml	Volumen de la muestra para analizar en ml
0 – 1000	50	250	10
1000 – 5000	25	250	10
> 5000	5	250	10

Tabla 10. Cantidad de reactivos usados de acuerdo con el volumen de muestra

Volumen de la muestra en ml	Dicromato de potasio 0.25 N ml	Reactivo de (H ₂ SO ₄)	Sulfato de mercurio HgSO ₄	Normalidad del sulfato ferroso amoniacal	Volumen final de la titulación ml
10	10	10	10	10	10
20	20	20	20	20	20
30	30	30	30	30	30
40	40	40	40	40	40
50	50	50	50	50	50

9. Medir el volumen de dicromato de potasio, según la Tabla 10, y agregarlo al balón.
10. Mezclar bien nuevamente.
11. Conectar el balón al equipo de reflujo.
12. Iniciar la circulación del agua de enfriamiento abriendo la respectiva llave.
13. Agregar lentamente el volumen restante de sulfato de plata en ácido sulfúrico, por la parte superior del condensador.
14. Mientras se añade el ácido restante, agitar suavemente el balón conectado al condensador, para que el ácido se incorpore a la solución.
15. Agitar muy bien, para evitar que en el fondo del balón quede el ácido y al momento de calentar se presente una explosión de ácido concentrado caliente a través del condensador, que puede llegar a ser muy peligroso.
16. Colocar en la parte superior del condensador un vaso de precipitados o beaker de 50 ml como tapa, para evitar que material foráneo entre al condensador y contamine la muestra.
17. Encender la estufa y abrir el paso de agua a través del condensador.
18. Poner en reflujo la muestra por espacio de dos horas, contadas a partir del inicio de la ebullición.
19. Transcurrido este tiempo, apagar la estufa y dejar enfriar.
20. Cuando se encuentre totalmente frío, agregar un volumen de agua destilada aproximadamente igual al que se encuentra en el balón. Hágalo por la parte superior del condensador muy lentamente, agitando el balón.
21. Agregar al balón dos gotas de indicador de ferroina.
22. Titular con sulfato ferroso amoniacal (FAS), tomando como fin de la titulación el cambio de color de azul-verdoso a un café-rojizo.
Nota: Es probable que el color verdoso aparezca de nuevo, cosa que no tiene importancia.
23. Simultáneamente a todos los pasos descritos, se debe realizar un blanco, que es tomar como muestra por analizar, agua destilada. Todas las cantidades indicadas se mantienen.

Expresión de los resultados

La demanda química de oxígeno (DQO) se expresa en términos de miligramo de oxígeno por litro de muestra, así:

$$DQO (ppm O_2) = \frac{(A - B) * N * 8000 * F}{mL \text{ de muestra}}$$

Donde:

A = Volumen de FAS consumido para el blanco.

B = Volumen de FAS consumido para el agua efluente.

N = Normalidad del FAS, de acuerdo con valoración realizada antes de realizar cada ensayo.

$$F (\text{Factor de Dilución}) = \frac{\text{Volúmen total muestra diluida (mL)}}{\text{Volúmen muestra Agua (mL)}}$$

Análisis para el tratamiento de agua de calderas

Residual de sulfitos (CenML-S4-AC1)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación del contenido de sulfitos en el agua de alimentación a las calderas.

Generalidades

1. La determinación del residual de sulfitos permite evaluar con alguna certeza el hecho de que el oxígeno disuelto remanente a la entrada de las calderas haya sido removido en su totalidad.
2. Normalmente se estima que el residual de sulfitos debe ser como mínimo 30 ppm de SO₃.
3. En el comercio se consiguen kits de análisis que hacen estas pruebas mucho más sencillas y confiables.

Reactivos

- Acido sulfúrico 1:1.
- Solución indicadora de almidón. Ver procedimiento índice de peróxidos para su rápida preparación.
- Solución estándar de yoduro y yodato de potasio, 0.0125 N: disuelva 44,8 mg de yodato de potasio anhidro KIO₃, secado durante cuatro horas a 120 °C, 4,35 g de KI y 810 mg de NaHCO₃ en agua destilada. Complete el volumen a 1.000 ml. La solución es tal que 1 ml = 0,5 mg SO₃.
- Reactivo de EDTA: disuelva 2,5 g de EDTA disódico en 100 ml de agua destilada.
- Acido sulfónico, NH₂SO₃H, cristalino.
- Agua destilada.

Elementos, materiales y equipos

- Mortero.
- Frasco de 1 00 ml.
- Pipeta graduada de 1 ml.
- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Pipeta aforada de 50 ml.
- Horno de calentamiento.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Vaso de precipitados.

Procedimiento

1. Recoja una muestra fresca, evitando contacto con el aire. Fije inmediatamente, agregando 1 ml de EDTA por cada 100 ml de muestra.
2. Agregue 1 ml de H₂SO₄, 1:1 y 0,1 g de ácido sulfónico en cristales a un frasco erlenmeyer de 250 ml. A continuación, mida 50 ml de muestra y transfíralas a un frasco. Agregue 1 ml de solución indicadora de almidón. Titule con solución estándar de yoduro y yodato de potasio hasta que se desarrolle un color azul suave permanente en la muestra.
3. Titule un testigo de agua destilada.

Expresión de los resultados

La concentración de sulfitos se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$ppm O_2 = \frac{(A - B) * 500}{mL \text{ de muestra}}$$

Donde:

A = ml de titulador gastados para la muestra

B = ml de titulador para el testigo

Sólidos disueltos totales

(CenML-S4-AC2)

Alcance

Esta prueba especifica el método para estimar la concentración (máscica) de los sólidos disueltos totales en el agua de calderas.

Generalidades

1. Este análisis se realiza con frecuencia al agua de purga de las calderas y permite estimar el grado de concentración de productos químicos en la misma.
2. Normalmente se considera que este valor no debe sobrepasar de 3.000 ppm para calderas entre 150-300 psi de presión de operación.
3. Por lo general, la reducción de los sólidos disueltos se logra por una reducción de varios contaminantes individuales (dureza, sílice, hierro, etc.).
4. Algunos procesos de tratamiento aumentan los sólidos disueltos al añadir subproductos solubles en agua; por ejemplo, el ablandamiento con zeolita de sodio aumenta los sólidos, en virtud de la adición de un ión (sodio) que tiene un peso equivalente más alto que el del calcio

o el del magnesio, que se remueven del agua cruda.

Reactivos

- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Crisol gooch de porcelana de diámetro de base interna de 20 mm.
- Filtro de fibra de vidrio para el crisol gooch.
- Juntas de goma.
- Horno de calentamiento.
- Trompa de vacío por agua con manguera.
- Desecador que contenga suficiente desecante.
- Matraz para vacío fondo plano de 250 ml con derivación (kitasato).

Procedimiento

1. Coloque un disco filtrante de fibra de vidrio con la cara corrugada hacia arriba o una capa filtrante de asbestos sobre el fondo de un crisol gooch apropiado. Lave el filtro con tres succiones de 20 ml de agua destilada, continúe la succión hasta remover toda el agua. Descarte el agua de los lavados. Seque el horno durante dos horas a 105 °C, enfríe y pese en la balanza analítica. Este peso se denomina B.
2. Mida 50 ml de muestra (la cantidad de muestra apropiada es aquella que produce un residuo total filtrable de 2,6 a 200 mg) y filtre los, mediante vacío, a través del filtro. Lave con tres succiones de 10 ml de agua destilada, continuando la succión tres minutos después de completar la filtración, para remover así tanta agua como sea posible.
3. Transfiera la cápsula al horno de calentamiento y evapore hasta completo secamiento.
4. Seque la muestra evaporada durante una hora en una estufa a 180 ± 2 °C; enfríe en el desecador y pese. Este peso se denomina A.

Expresión de los resultados

$$\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{ Sólidos disueltos totales} = \frac{(A - B) * 100}{\text{mL de muestra usada}}$$

Donde:

A = Peso del crisol + sólidos (mg)

B = Peso del crisol inicial (mg)

Oxígeno disuelto (modificación del nitruro) CenML-S4-AC3

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación de la concentración (volumen) de oxígeno disuelto en el agua de calderas.

Generalidades

1. Es tal vez uno de los análisis más importantes en el agua de alimentación de las calderas, ya que permite detectar la presencia del oxígeno disuelto, el cual ocasiona graves problemas en la tubería de las calderas.
2. Realizado este análisis, se considera que no debe exceder 0.04 ppm O₂.
3. Este procedimiento es bastante complejo, por lo que se recomienda adquirir un kit para determinación de oxígeno disuelto. Consulte con su asesor en tratamiento de aguas.

Reactivos

- Solución de sulfato manganoso: disuelva 480 g de MnSO₄·4H₂O, 400 g de MnSO₄·2H₂O ó 364 g de MnSO₄·H₂O en agua destilada, filtre y diluya a 1 litro. Esta solución no debe producir color en almidón, cuando se agrega a una solución de yoduro de potasio acidificada.
- Reactivo alcalino de yoduro-nitrito. Disuelva 500 g de NaOH (ó 700 g de KOH) y 135 g de NaI ó 150 g de nitruro de sodio, NaN₃, disuelto en 40 ml de agua destilada, y diluya a 1 litro. Agregue 10 g de nitruro de sodio, NaN₃, disuelto en 40 ml de agua destilada. Este reactivo no debe producir color con la solución de almidón al diluirlo y acidificarla.
- Acido sulfúrico concentrado.
- Almidón: disuelva 2 g de almidón soluble grado analítico y 0,2 g de ácido salicílico, como preservativo, en 100 ml de agua destilada caliente.
- Solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio 0.1 N: disuelva 24,82 g de Na₂S₂O₃·5H₂O en agua destilada hervida y fría y diluya a 1 litro. Preserve agregando 5 ml de cloroformo ó 1 g de NaOH.
- Solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio 0.025 N: diluya 250 ml de solución patrón de tiosulfato de sodio a 1 litro. Normalice con solución estándar de dicromato

de potasio 0,025 N o con solución estándar de biyodato de potasio 0,025 N. La solución estándar de tiosulfato de sodio 0,025 N es de una concentración tal que 1 ml es equivalente a 0,2 mg de oxígeno disuelto (OD).

- Solución estándar de dicromato de potasio 0.025 N: disuelva 1,226 g de $K_2Cr_2O_7$, secado a 103 °C durante dos horas, en agua destilada y diluya a 1 litro en un frasco volumétrico.
- Disuelva 2 g de KI puro en un frasco erlenmeyer con 100 ml de agua destilada. Agregue 10 ml de H_2SO_4 (1 + 9) y 20 ml de solución estándar de dicromato de potasio. Coloque en oscuro durante 5 minutos y diluya a 400 ml, titule con solución de tiosulfato 0,025 N el yodo liberado, agregando almidón al final de la titulación cuando se alcanza un color amarillo pajizo pálido. Cuando las soluciones son de igual concentración se gastarán 20 ml de tiosulfato 0,025 N. Si no es el caso, haga la corrección necesaria.
- Solución estándar de biyodato de potasio 0,025 N: disuelva 812,4 mg de $KH(IO_3)$ en agua destilada y diluya a 1.000 ml.
- Disuelva 2 g de KI puro en un frasco erlenmeyer con 100 ml de agua destilada. Agregue unas pocas gotas de H_2SO_4 concentrado y 20 ml de solución estándar de biyodato de potasio. Diluya a 200 ml y titule con una solución estándar tituladora de tiosulfato de sodio 0.025 N el yodo liberado, agregando almidón al final de la titulación cuando se alcanza un color amarillo pajizo pálido. Cuando las soluciones son de igual concentración se requieren 20 ml de solución de $Na_2S_2O_3$ - 0,025 N. De lo contrario, ajuste la normalidad de la solución de $Na_2S_2O_3$ a 0,025 N.
- Solución de fluoruro de potasio: disuelva 40 g de KF_2H_2O en agua destilada y diluya a 100 ml. Esta solución se usa cuando la muestra contiene más de 5 ppm de hierro. Agregue, cuando sea necesario, 1 ml de solución de fluoruro para inhibir la interferencia de hierro.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza digital.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipetas aforadas de 20, 50, 100 y 110.
- Bureta de 25 ml.
- Probeta de 50, 100 ml.

Procedimiento

1. Llenar completamente la botella de 250 ó 300 ml con la muestra por analizar; dejar rebosar para insertar el tapón sin dejar burbujas.
2. Añadir 1 ml de solución de sulfato manganeso y 1 ml de solución álcali de yoduro-nitruro de sodio usando una pipeta. Si las soluciones son agregadas debajo de la superficie del líquido, enjuague las pipetas antes de volver a introducir las en las botellas de los reactivos.
3. Taponar cuidadosamente la botella para evitar burbujas de aire, y mezclar bien, invirtiendo la botella unas quince veces. Deje sedimentar el precipitado hasta la mitad de la botella. Si el precipitado es blanco (hidróxido de manganeso), no existe oxígeno disuelto.

Nota: en caso contrario, el precipitado será óxido básico mangánico de color café.

4. Remover el tapón y agregar 1 ml de H_2SO_4 concentrado sosteniendo la pipeta sobre la superficie del líquido contra el cuello de la botella. Retaponar la botella y mezclar bien hasta que no se observe ningún floc. Si hay oxígeno, se liberará yodo. El volumen que se toma para titulación debe corresponder a 200 ml de muestra original; por ello, debe hacerse una corrección por la pérdida de muestra debida al desplazamiento provocado por la adición de los 2 ml de reactivo: 1 ml de sulfato manganeso y 1 ml de reactivo álcali de yoduro - nitruro. Para botellas de 300 ml, el volumen que se toma para la titulación debe ser de:

$$\frac{200 * 300}{300 - 2} = 201 \text{ mL}$$

Retire 201 ml de la botella y viértalos en un frasco erlenmeyer. Titule añadiendo tiosulfato de sodio y agitando la solución hasta obtener un color amarillo pajizo pálido. Agregue 1 ml de solución fresca de almidón, el cual produce un color azul, y continúe la titulación hasta que el color azul desaparezca. Anote la cantidad de tiosulfato gastado. Ignore cualquier reaparición del color azul.

Expresión de resultados

El contenido de oxígeno disuelto (OD) se calcula por la siguiente ecuación:

$$\text{ppm Oxígeno Disuelto (OD)} = \frac{\text{mL gastados} * N * 8000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

N = normalidad del tiosulfato de sodio empleado.

Cuando la normalidad del tiosulfato de sodio es exactamente 0,025 y el volumen de muestra es de 200 ml, como se indicó en el procedimiento anterior, calcule el contenido de oxígeno disuelto (OD) así:

ppm Óxígeno Disuelto (OD) = mL de Tiosulfato gastado

Hierro total en aguas tratadas por comparación visual (método de la fenantrolina) (CenML-S4-AC4)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación de hierro en agua de calderas

Generalidades

El contenido de hierro normalmente se evalúa en las corrientes de agua a la entrada y a la salida de las calderas, y permite conocer el estado interno de la misma.

Reactivos

- Ácido clorhídrico, HCl, concentrado.
- Solución de hidroxilamina: disuelva 10 NH₂OH. HCl en 100 ml de agua destilada.
- Solución buffer de acetato de amonio: disuelva 250 g de NH₄C₂H₃O₂ en 150 ml de agua destilada. Agregue 700 ml de ácido acético concentrado o glacial. Prepare una nueva curva de calibración cada vez que cambie la solución.
- Solución de fenoltaleína: disuelva 100 mg de ortofenantrolina o 1,10 fenantrolina monohidratada; calentamiento a 80°C, sin hervirla. Descarte la solución si se vuelve oscura. El calentamiento no es necesario si se agregan dos gotas de HCl concentrado al agua destilada.
Nota: 1 ml de este reactivo es suficiente para concentraciones menores de 0,1 mg Fe.
- Solución patrón de hierro: ponga 50 ml de agua destilada en un vaso de precipitados de 250 ml. Agréguele lentamente y mezclando 20 ml de H₂SO₄ concentrado. Realice esta operación con cuidado y deje enfriar la solución a temperatura ambiente. Pese 1,404 g de sulfato ferroso amoniacal (Fe (NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O), y disuélvalo en la solución preparada, mediante agitación.

- Agregue solución 0.1 N de KMnO₄ gota a gota, hasta que persista un color rosado suave en la solución. (La solución 0.1 de KmnO₄ se prepara disolviendo 3,16 g de KMnO₄ en 1.000 ml de agua destilada). Diluya en un frasco volumétrico a 1.000 ml con agua destilada. La solución patrón es tal que 1 ml = 0,2 mg Fe.
Nota: Los reactivos anteriores son los mismos del método con espectrofotómetro.
- Solución estándar de hierro: con una pipeta volumétrica mida 50 ml de solución patrón de hierro y viértalos en un frasco volumétrico de 1.000 ml. Diluya hasta la marca de 1.000 ml con agua destilada; 1 ml = 10 mg Fe.

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Pipeta aforada de 50 y 100 ml.
- Erlenmeyer de 125, 250 y 1.000 ml.
- Estufa eléctrica.
- Pipeta graduada de 20 ml.
- Tubos de nessler de 100 ml forma alta.
- Balón aforado de 100 ml.
- Espectrofotómetro.

Procedimiento

1. Preparar los estándares de hierro en los tubos de nessler de 100 ml, siguiendo las diluciones indicadas, según la concentración esperada de hierro.
2. Una vez conocidos los mililitros de solución estándar de hierro necesarios, depositarlos en un erlenmeyer de 125 ml.
3. Diluir este volumen con agua destilada hasta alcanzar 50 ml totales.
4. Agregar 2 ml de ácido clorhídrico concentrado.
5. Agregar 1 ml de solución de hidroxilamina.
6. Añadir 4 ó 5 perlas de ebullición y caliente el frasco hasta ebullición.
7. Continúe la ebullición hasta reducir el volumen total a unos 20 ml.
8. Deje enfriar a temperatura ambiente.
9. Transfiera la solución en un balón aforado de 100 ml y agregue 10 ml de solución búfer de acetato de amonio.
10. Agregue 4 ml de solución de fenantrolina.
11. Diluir con agua destilada hasta la señal de enrase (100 ml).
12. Agitar vigorosamente y dejar reposar entre 10 y 15 minutos para lograr un desarrollo máximo del color.

13. Para anular la interferencia de cualquier color o turbiedad de la muestra, prepare un testigo con la misma cantidad de muestra utilizada y aplicándole todos los pasos descritos anteriormente, pero sin agregar los 4 ml de fenantrolina.
14. Colocar el testigo en el portamuestra del espectro-fotómetro en = de absorbancia (100% de transmitancia con el equipo en 510 nm).
15. Retire el testigo, coloque la muestra con fenantrolina en el aparato y haga la lectura correspondiente de absorbancia.
16. Convierta la lectura de absorbancia leída en mg de Fe mediante la curva de calibración.

Expresión de los resultados

La concentración de hierro (Fe) en ppm, se calcula mediante la siguiente relación:

$$Fe \text{ (ppm)} = \frac{\text{mg de Fe} \cdot 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Dureza (método EDTA)

(CenML-S4-AC5)

Alcance

Esta prueba especifica la metodología para la determinación de la dureza como concentración de CaCO_3 en agua de calderas.

Generalidades

1. La dureza del agua está conformada por los iones calcio y magnesio, los cuales se presentan disueltos en el agua de alimentación de las calderas.
2. Los procesos de coagulación, floculación o filtración no disminuyen el valor de dureza a niveles óptimos; sin embargo, ciertas operaciones unitarias (como el intercambio iónico de sodio) remueven el calcio y el magnesio del agua, reemplazándolos por elementos químicos inofensivos.

Reactivos

- Solución buffer: disuelva 16,9 g de cloruro de amonio (NH_4Cl), en 143 ml de hidróxido de amonio concentrado (NH_4OH); agregue 1,25 g de sal de magnesio de EDTA (disponible comercialmente) y diluya en 250 ml con agua destilada. Si no se dispone de la sal de magnesio de EDTA, disuelva 1,179 g de sal disódica

de EDTA y 780 mg de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en 50 ml de NH_4OH ; mezcle bien y diluya a 250 ml con agua destilada. Mantenga la solución bien tapada y no la almacene por más de un mes en un recipiente que se abre continuamente. Descarte la solución cuando al agregar 1 ó 2 ml a la muestra no se obtenga un pH de 10 ± 0.1 al punto final de titulación.

- Mezcla indicadora de eriocromo negro T: pese separadamente 0,5 g de eriocromo negro T y 100 g de cloruro de sodio (NaCl). Coloque ambos compuestos en un mortero y pulverícelos hasta distribuir uniformemente el colorante oscuro en la sal blanca. Almacénelo en una botella bien tapada.
- Solución indicadora de calmagita: disuelva 0,1 g de calmagita en 100 ml de agua destilada.
- Cristales de cianuro de sodio (NaCN): maneje con extremo cuidado, con una pequeña cuchara o espátula. Es muy tóxico. Evite la ingestión e inhalación de los vapores mortales de cianuro. En la mayoría de las aguas no se requiere agregar este inhibidor de interferencias para el ensayo de dureza.
- Solución tituladora estándar de EDTA-0,01 M: Pese 8,723 g de EDTA o Na_2EDTA , $\text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Disuélvalos en agua destilada y diluya a 1 litro con agua destilada. Tapone y mezcle bien. La solución es generalmente estable durante seis meses. Almacene preferiblemente en frasco de polietileno o vidrio de borosilicato.

Elementos, materiales y equipos

- Bureta de 25 ml.
- Pipeta aforada de 50 ml.
- Pipeta graduada de 1 ml.
- Balanza analítica con precisión al miligramo.
- Erlenmeyer de 125 ml.

Procedimiento

1. Coloque 50 ml de muestra en un frasco, siempre y cuando no consuma más de 15 ml de solución tituladora. En caso contrario, debe hacerse dilución a 50 ml con agua destilada.
2. Agregue 1 a 2 ml de solución búfer. Usualmente 1 ml de buffer es suficiente para obtener un pH de 10 a 10.1. La ausencia de un punto de vire claro del indicador demuestra la necesidad de agregar este inhibidor. Úselo con precaución cuando el cambio de color del indicador no es claro y distintivo.

3. Agregue 0,2 g de mezcla indicadora de Eriocromo negro T. Alternativamente, use 1 ml de solución indicadora de calmagita.
4. Si la coloración obtenida es vino tinto, agregue solución tituladora de EDTA hasta obtener el color azul. La titulación no debe durar más de cinco minutos, contados a partir de la adición de la solución búfer.

Expresión de los resultados

La dureza se expresa como concentración (masa/volumen) de CaCO_3 en mg/L y se calcula con la siguiente ecuación:

$$\text{Dureza} \frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{CaCO}_3 = \frac{\text{mL EDTA gastados} * 0,01 * 100000}{\text{mL de muestra}}$$

Preparación de reactivos

Valoración del hidróxido de sodio con ftalato ácido de potasio (CenML-S4-PR1)

Generalidades

- Verificar el buen estado de los aparatos.
- Utilizar únicamente agua destilada.
- Los equipos deben estar completamente limpios y secos.
- Esta prueba debe hacerse por duplicado y trabajar con el promedio.
- El resultado debe escribirse con cuatro cifras decimales significativas.

Reactivos

- Hidróxido de sodio a valorar
- Ftalato ácido de potasio
- Agua destilada
- Fenolftaleína

Elementos, materiales y equipos

- Cápsula de porcelana.
- Horno de calentamiento.
- Desecador con suficiente desecante.
- Pinzas para crisol.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Erlenmeyer de 1.000 ml con boca esmerilada.
- Agitador magnético con calentamiento.
- Probeta de 50 ml.

- Bureta automática de 25 ml.
- Frasco cuenta gotas de 50 ml.
- Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- Cuchara de porcelana.

Procedimiento

1. Secar en una cápsula limpia y seca aproximadamente 1 g de ftalato ácido de potasio en un horno a 120 °C por dos horas.
2. Dejar enfriar en un desecador antes de usarlo por espacio de media hora.
3. Pesar 0,400 g de ftalato ácido de potasio en un erlenmeyer de 250 ml limpio y seco; anotar el peso.
4. Agregar 50 ml de agua destilada al erlenmeyer.
5. Colocar el erlenmeyer en el agitador magnético y calentarlo a una temperatura de 50 °C, agitando muy bien hasta que todo el ftalato ácido de potasio se haya disuelto en el agua destilada.
6. Agregar cinco gotas de fenolftaleína.
7. Titular con el hidróxido de sodio y/o potasio hasta la aparición de un permanente y suave color rosado.

Expresión de los resultados

Para determinar la normalidad del hidróxido de sodio, aplicar la siguiente ecuación:

$$N = \frac{w * 1000}{V * 204,2}$$

Donde:

N = Normalidad del hidróxido de sodio.

W = Peso de ftalato ácido de potasio en g.

V = Volumen de hidróxido de sodio y/o potasio consumados en ml.

Valoración del hidróxido de sodio con ácido sulfúrico 0.1 N (opcional) (CenML-S4-PR2)

Generalidades

- Este procedimiento sirve para valorar la soda o hidróxido de sodio 0.1 N, que es utilizado para calcular el porcentaje de ácidos grasos libres, como solución tituladora.
- Este procedimiento puede reemplazar el método de estandarización del hidróxido de sodio 0.1 N usando ftalato ácido de potasio.

Reactivos

- Ácido sulfúrico 0.1 N
- Agua desionizada
- Fenolftaleína
- Hidróxido de sodio 0.1 N

Elementos, materiales y equipos

- Erlenmeyer de 250 ml.
- Pipeta de 25 ml.
- Probeta de 25 ml.

Procedimiento

1. En un erlenmeyer, medir 25 ml de ácido sulfúrico 0.1 N o titrisol con una pipeta graduada de 25 ml.
2. Agregar cuidadosamente 25 ml de agua desionizada con una probeta de 25 ml de capacidad.
3. Añadir dos gotas de fenolftaleína y titular con el hidróxido de sodio 0.1 N, con agitación constante hasta la aparición de un ligero pero constante color rosado suave.

Expresión de los resultados

Para determinar la normalidad del hidróxido de sodio, aplicar la siguiente ecuación:

$$N = \frac{\text{Volúmen de ácido sulfúrico} * 0,1}{\text{Volúmen consumido de Hidróxido de Sodio}}$$

Preparación del ácido sulfúrico

0.1 N (CenML-S4-PR3)

Generalidades

1. Se utiliza en la valoración del hidróxido de sodio o de potasio y en la titulación de la muestra de las piscinas de tratamiento de efluentes para calcular la alcalinidad de las mismas.
2. El ácido sulfúrico 0.1 N o titrisol se presenta en ampollas plásticas.

Reactivos

- Ampolleta de ácido sulfúrico 0.1 N
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Balón aforado de 1000 ml.
- Frasco lavador.

Procedimiento

1. Cortar la ampolleta de ácido sulfúrico 0.1 N

con un cuchillo, conservándola hacia arriba para evitar derrames.

2. En un balón aforado de 1 litro limpio y seco, introducir la ampolleta, dejando caer todo el producto en el balón.
3. Lavar con agua destilada la ampolleta, asegurando que todo el ácido sulfúrico se haya lavado y quede dentro del balón.
4. Completar con agua destilada los 1.000 ml del balón.
5. Agitar muy bien el balón.
6. Guardar al terminar en el frasco respectivo.

Preparación de ácido sulfúrico

1:1 (CenML-S4-PR4)

Generalidades

El ácido sulfúrico 1:1 es utilizado en la preparación de la muestra para el cálculo de los ácidos grasos volátiles en las piscinas de tratamiento de efluentes.

Reactivos

- Ácido sulfúrico al 96%
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Balón aforado de 500 ml.
- Balón aforado de 1000 ml.
- Dosificador plástico de agua.

Procedimiento

1. Medir 500 ml de agua destilada en un balón aforado de 500 ml y verter en un balón aforado de 1.000 ml
2. Medir 500 ml de ácido sulfúrico al 96% de concentración en un balón aforado de 500 ml, guardando las máximas precauciones.
3. Añadir lentamente el ácido en el agua. Esta reacción hace calentar el balón y emana vapores tóxicos, los cuales no deben ser inhalados.
4. Agitar cuidadosamente el balón.
5. Guardar en el respectivo frasco.

Preparación de la fenolftaleína al 1% en etanol al 95%

(CenML-S4-PR5)

Generalidades

La fenolftaleína es usada como indicador de la titulación con hidróxido de sodio o de potasio 0.1 N, en el cálculo del porcentaje de ácidos grasos libres.

Reactivos

- Fenolftaleína
- Alcohol neutralizado

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica.
- Embudo de vidrio.
- Erlenmeyer de 500 ml con boca esmerilada.
- Cápsula de porcelana.

Procedimiento

1. Pesar en una cápsula de porcelana 5 g de fenolftaleína, con la mayor exactitud posible.
2. Con la ayuda de un embudo, pasar la fenolftaleína a un erlenmeyer de 500 ml.
3. Lavar la cápsula y el embudo con alcohol neutralizado, cuidando que todo el producto lavado caiga en el erlenmeyer de 500 ml.
4. Después de que ha pasado la totalidad de la fenolftaleína al erlenmeyer, completar con alcohol neutralizado hasta los 500 ml.
5. Agitar muy bien teniendo cuidado de haber colocado la tapa esmerilada, para que la fenolftaleína quede bien disuelta en el alcohol.

Expresión de los resultados

Calcular la cantidad a pesar de fenolftaleína así:

Concentración requerida = 1%

Volumen a preparar = 500 ml (opcional)

$$X = 500 \text{ mL solución} * 1\% = 5 \text{ g de fenolftaleína}$$

Preparación del hidróxido de sodio 0.1 N (CenML-S4-PR6)

Generalidades

1. Esta solución se utiliza para determinar el porcentaje de ácidos grasos libres (AGL).
2. Verificar que los reactivos usados respondan a la calidad necesaria para el ensayo.
3. Revisar que los instrumentos utilizados se encuentren limpios y en buen estado.

Reactivos

- Hidróxido de sodio en hojuelas al 99%
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Balanza analítica con exactitud al miligramo.
- Cápsula de porcelana.
- Bureta automática de 25 ml.
- Erlenmeyer de 1.000 ml con boca esmerilada.

- Pinzas para crisol.
- Cuchara de porcelana.

Procedimiento

1. Tarar en la balanza una cápsula de porcelana limpia y seca.
2. Pesar 4,040 g de hidróxido de sodio en lentejas.
3. Disolver las lentejas con agua destilada
4. Una vez se ha alcanzado la completa disolución de las lentejas, traspasar esta solución a un erlenmeyer de 1.000 ml con boca esmerilada, teniendo cuidado de lograr que el producto de la cápsula sea transferido en su totalidad; esto se logra lavando varias veces la cápsula con agua destilada, verificando que el agua del lavado sea llevada al erlenmeyer.
5. Llenar el erlenmeyer con agua destilada hasta la señal de 1.000 ml
6. Colocar la tapa al erlenmeyer y agitar cuidadosamente.
7. Tener en cuenta que no se observe hidróxido de sodio sin disolver.
8. Traspasar la solución preparada al frasco de alimentación de la bureta automática.
9. Llenar la bureta utilizando la respectiva pera y desalojando por la llave principal hidróxido de sodio.
10. Valorar la solución según los procedimientos recomendados.

Expresión de los resultados

Para determinar la cantidad de reactivos necesarios, se realizan los siguientes cálculos:

Concentración requerida = 0.1 N

Volumen Requerido = 1.000 ml

Pureza = 99%

$$\frac{0,1 \text{ eqg NaOH}}{1 \text{ L solución}} * \frac{40 \text{ g NaOH}}{1 \text{ eqg NaOH}} * \frac{100\%}{99\%} = 4,404 \text{ g}$$

Neutralización del alcohol etílico

(CenML-S4-PR7)

Generalidades

- El alcohol etílico o etanol utilizado en el cálculo de la acidez debe ser neutralizado para evitar que el producto interfiera en la neutralización del aceite con el hidróxido de sodio 0.1 N.

- La neutralización del etanol se realiza con hidróxido de sodio 0.1 N.

Reactivos

- Alcohol etílico
- Fenolftaleína
- Hidróxido de sodio

Elementos, materiales y equipos

- Vaso de-precipitado.
- Frasco cuenta gotas.
- Frasco de neutralización.
- Embudo.

Procedimiento

1. Agregar un litro de alcohol etílico al frasco de neutralización.
2. Agregar 10 gotas de fenolftaleína.
3. Medir 5 ml de hidróxido de sodio 0.1 N y agregarlos al frasco de neutralización.
4. Agitar y observar la aparición de un color rosado suave que indica la finalización de la neutralización.
5. Si este color no aparece, repetir el procedimiento desde el ítem 1
6. Almacenar.

Solución estándar de carbonato de sodio 0.1 N (CenML-S4-PR8)

Generalidades

- Este producto es usado para valorar el ácido sulfúrico 0.1 N, usado en el cálculo de la alcalinidad de aguas.
- Se debe completar con el respectivo procedimiento de valoración descrito en el presente manual.
- Mantenga bien tapados los reactivos preparados en lugares frescos y oscuros.

Reactivos

- Carbonato de calcio (Na_2CO_3) en cristales
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Horno de calentamiento.
- Cápsulas de porcelana.
- Pinza para cápsulas.
- Desecador con sílica gel.
- Balanza digital con precisión al miligramo.
- Balón aforado de 1 l.

Procedimiento

1. En una cápsula de porcelana, introduzca aproximadamente 6 g de Na_2CO_3 en cristales.
2. Secar en el horno de calentamiento a 250 °C durante cuatro horas.
3. Transcurrido este tiempo, retire la cápsula del horno e introdúzcala en el desecador hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
4. Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca.
5. Pesar exactamente 5.300 g de Na_2CO_3 seco.
6. Agregar aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disolver el carbonato de calcio.
7. Traspasar los productos con el mayor cuidado, a un balón aforado de 1 l, lavando varias veces la cápsula con agua destilada, y permitiendo que la misma llegue hasta la señal de enrase (L).
8. Agitar vigorosamente la solución.
9. Transferir al respectivo frasco limpio y seco de almacenamiento.

Expresión de los resultados

Para determinar la cantidad de Na_2CO_3 requerida, se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.1 N

Volumen de la solución a preparar = 1.000 ml

Entonces:

$$\text{Na}_2\text{CO}_3 = \frac{0,1 \text{ eqg Na}_2\text{CO}_3}{1 \text{ L solución}} * \frac{106 \text{ g Na}_2}{2 \text{ eqg Na}_2\text{CO}_3} = 5,30 \text{ g Na}_2\text{CO}_3$$

Ácido sulfúrico 0.1 N (CenML-S4-PR9)

Generalidades

- Todas las adiciones de reactivos deben hacerse lentamente.
- Este procedimiento es una alternativa al método descrito en el cual se usa la ampolleta o titrisol.
- El ácido sulfúrico (H_2SO_4) 0.1 N es usado frecuentemente en la valoración del hidróxido de sodio 0.1 N. Si se desea preparar una solución de ácido sulfúrico con otra concentración o un volumen de solución diferente, realizar los cálculos respectivos.
- No inhalar los vapores emanados durante la preparación.

Reactivos

- Ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) 0.1 N al 96%
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Balón aforado de 1 l.
- Pipeta graduada de 5 ml y 50 ml.
- Pera de goma universal.

Procedimiento

1. Agregar aproximadamente 50 ml de agua destilada al balón aforado de 1 l.
2. Medir 2,8 ml de ácido sulfúrico al 96%, succionando cuidadosamente con la pera de goma.
3. Añadir este volumen cuidadosa y lentamente al balón aforado, sin dejar caer el producto directamente al agua, sino por las paredes del balón.
4. Completar con agua destilada hasta la señal de enrase. Esta es una reacción exotérmica y es normal un aumento en la temperatura del balón.
5. Mezclar cuidadosamente.
6. Traspasar al respectivo frasco de almacenamiento, que debe encontrarse perfectamente identificado.

Expresión de los resultados

Para realizar la preparación de la solución, se necesita conocer:

Normalidad de la solución a preparar = 0.1 N
 Volumen de la solución a preparar = 1.000 ml

Aplicar la siguiente fórmula para conocer el volumen (ml) de H_2SO_4 necesario:

$$mL H_2SO_4 = \frac{0,1 \text{ eqg}}{1000 \text{ mL}} * \frac{98 \text{ g } H_2SO_4}{2 \text{ eqg } H_2SO_4} * \frac{1 \text{ mL } H_2SO_4}{1,834 \text{ g } H_2SO_4} * \frac{100000}{96} = 2,8 \text{ mL } H_2SO_4$$

Ejemplo: preparar 500 ml de H_2SO_4 0,02 N

$$mL H_2SO_4 = \frac{0,02 \text{ eqg}}{500 \text{ mL}} * \frac{98 \text{ g } H_2SO_4}{2 \text{ eqg } H_2SO_4} * \frac{1 \text{ mL } H_2SO_4}{1,834 \text{ g } H_2SO_4} * \frac{100000}{96} = 1,1 \text{ mL } H_2SO_4$$

Tiosulfato de sodio 0.1 N

(CenML-S4-PR10)

Generalidades

- Esta es una solución usada en la determinación del índice de peróxidos.
- A partir de ella se prepara el tiosulfato de sodio 0.01 N, lo cual se logra diluyendo 10 veces.

Reactivos

- Tiosulfato de sodio R.A. (Reactivo analítico)
- Agua destilada
- Hidróxido de sodio

Elementos, materiales y equipos

- Horno de calentamiento.
- Cápsulas de porcelana.
- Pinza para cápsulas.
- Desecador con suficiente material desecante.
- Balanza digital con precisión al miligramo.
- Balón aforado de 1 l.

Procedimiento

1. En una cápsula de porcelana, introducir aproximadamente 30 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$.
2. Secar en el horno de calentamiento a 250 °C durante cuatro horas.
3. Transcurrido este tiempo, retirar la cápsula del horno e introducirla en el desecador hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
4. Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca.
5. Pesar exactamente 24.818 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ seco.
6. Agregar aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disolver el tiosulfato de sodio.

- Con el mayor cuidado, traspasar los productos a un balón aforado de 1 l, lavando varias veces la cápsula con agua destilada y permitiendo que el agua destilada llegue hasta la señal de enrase (1 l).
- Agitar vigorosamente la solución.
- Transferir al respectivo frasco limpio y seco de almacenamiento.

Expresión de los resultados

Para determinar la cantidad de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ requerida, se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.1 N
Volumen de la solución a preparar = 1.000 ml

Entonces:

$$g \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O} = \frac{0,1 \text{ eqq}}{1 \text{ L solución}} * \frac{248,18 \text{ g}}{1 \text{ eqq}} = 248,18 \text{ g Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

Preparación del dicromato de potasio 0,25

(CenML-S4-PR11)

Generalidades

- La solución de dicromato de potasio es utilizada para determinar la demanda química de oxígeno en aguas residuales.
- El bicromato de potasio se añade en exceso en la reacción de determinación del DQO. Después de la digestión de dos horas, se mide el dicromato de potasio residual para determinar la cantidad consumida durante la oxidación de la materia orgánica.
- Una vez preparados, los productos deben almacenarse perfectamente identificados, en lugares frescos y oscuros.

Reactivos

- Dicromato de potasio R.A. (reactivo analítico)
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Horno de calentamiento.
- Cápsula de porcelana.
- Pinzas para cápsula.
- Desecador con suficiente material desecante.
- Balanza digital con precisión al miligramo.
- Balón aforado de 1 l.

Procedimiento

- En una cápsula de porcelana, introducir aproximadamente 15 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$
- Secar en el horno de calentamiento a 250 °C durante cuatro horas.
- Transcurrido este tiempo, retirar la cápsula del horno e introducirla en el desecador, hasta total enfriamiento (aproximadamente 30 minutos).
- Tarar en la balanza digital otra cápsula de porcelana limpia y seca.
- Pesar exactamente 12,259 g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
- Agregar aproximadamente 25 ml de agua destilada a la cápsula y disolver el dicromato de potasio.
- Con el mayor cuidado, traspasar los productos a un balón aforado de 1 l, lavando varias veces la cápsula con agua destilada y permitiendo que el agua destilada llegue hasta la señal de enrase (l).
- Agitar vigorosamente la solución.
- Transferir al respectivo frasco de almacenamiento limpio y seco.

Expresión de los resultados

Para determinar la cantidad de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ requerida, se necesita conocer:

Concentración de la solución a preparar = 0.25 N
Volumen de la solución a preparar = 1.000 L

Entonces:

$$g \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{0,2 \text{ eqq K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{1 \text{ L solución}} * \frac{294,1838 \text{ g}}{6 \text{ eqq K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = 12,59 \text{ g K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

Sulfato de plata en ácido sulfúrico (CenML-S4-PR12)

Generalidades

- Esta solución es usada en la determinación de la demanda química de oxígeno (DQO) en aguas residuales.
- El manejo del ácido sulfúrico concentrado debe ser especialmente cuidadoso.
- Esta solución se debe empezar a usar dos días después de preparada, tiempo que demora en disolverse el sulfato de plata.

Reactivos

- Sulfato de plata
- Acido sulfúrico concentrado

Elementos, materiales y equipos

- Balanza digital.
- Cápsula de porcelana.
- Balón aforado de 1 litro.
- Embudo de vidrio.

Procedimiento

1. Tarar una cápsula de porcelana limpia y seca.
2. Pesar 9,9 g de sulfato de plata con la mayor exactitud. Evitar tener contacto con este producto; en caso de tenerlo, lavar con abundante agua.
3. Transferir todo el producto al balón aforado de 1 litro, lavando varias veces en pequeñas porciones de ácido sulfúrico para asegurar que el reactivo haya pasado totalmente.
4. Completar con ácido sulfúrico concentrado hasta la señal de enrase (1 l), tan lentamente como sea posible.
5. Agitar suavemente hasta disolver todo el sulfato de plata.
6. Almacenar la solución en un frasco ámbar debidamente marcado, que debe mantenerse en un lugar fresco y oscuro.

Solución de sulfato ferroso amoniacal (FAS) 0.25 N

(CenML-S4-PR13)

Generalidades

- El sulfato ferroso amoniacal (FAS) es utilizado para titular el dicromato de potasio que no se oxidó en la determinación de la demanda química de oxígeno.
- Es aconsejable preparar cantidades apropiadas de FAS, tomando en cuenta que se oxida con rapidez. Se aconseja no preparar cantidades mayores de 250 ml.
- Este reactivo se debe valorar el día en que se vayan a realizar las determinaciones de la demanda química de oxígeno, según el procedimiento.

Reactivos

- Sulfato ferroso amoniacal (FAS)
- Ácido sulfúrico concentrado
- Agua destilada

Elementos, materiales y equipos

- Balón aforado de 250 ml.
- Balanza digital con precisión al miligramo.

- Pipeta graduada de 5 ml.
- Cápsula de porcelana.

Procedimiento

1. En la boca del balón aforado de 250 ml, hacer un cono con papel aluminio que funcione como embudo.
2. Tarar el balón aforado con el papel aluminio.
3. Pesar 24,500 g de sulfato ferroso amoniacal con la mayor exactitud.
4. Lavar el producto con agua destilada, permitiendo que ésta y el reactivo escurran dentro del balón.
5. Disolver la totalidad del reactivo.
6. Medir 5 ml de ácido sulfúrico concentrado al 98%, y agregarlos al balón aforado, por las paredes del mismo.
7. Completar con agua destilada hasta la señal de enrase.
8. Mezclar suavemente.
9. Valorar esta solución según el procedimiento recomendado.

Valoración del sulfato ferroso amoniacal (FAS) 0,25 N

(CenML-S4-PR14)

Generalidades

- Esta valoración debe ejecutarse el día en el que se vayan a realizar determinaciones de la demanda química de oxígeno.
- Se ha observado experimentalmente que una solución de FAS puede llegar a tener una vida útil de 1 a 2 meses, tiempo durante el cual va disminuyendo en forma paulatina la concentración a la que fue preparada.
- Todos los reactivos que se usen en la valoración del FAS deben provenir de los mismos frascos que se usan para realizar los montajes de demanda química de oxígeno del día.

Reactivos

- Dicromato de potasio 0.25 N
- Ácido sulfúrico concentrado
- Agua destilada
- Solución de sulfato ferroso amoniacal a valorar

Elementos, materiales y equipos

- Bureta de 25 ml de capacidad.
- Erlenmeyer de 250 ml.
- Probetas de 100 ml.
- Pipeta aforada de 10 ml.

Procedimiento

1. Tomar un erlenmeyer de 250 ml, limpio y seco.
2. En una pipeta aforada, medir 10 ml de solución de dicromato de potasio 0.25 N y depositarlos en el erlenmeyer.
3. Medir 60 ml de agua destilada con una probeta, y agregarlos al erlenmeyer.
4. En otra probeta, medir 30 ml ácido sulfúrico concentrado al 96% y agregarlos al erlenmeyer, dejándolo caer por las paredes del mismo.
5. Dejar enfriar hasta la misma temperatura a la cual se realizaron las valoraciones de la demanda química de oxígeno.
6. Agregar 2 ó 3 gotas de ferroína.
7. Llenar la bureta con la solución FAS a valorar.
8. Titular gota a gota hasta el cambio de verdoso a café rojizo.
9. Registrar el volumen de FAS consumido.

Expresión de los resultados

Para determinar la normalidad del FAS preparado, aplicar la siguiente relación:

$$\text{Normalidad FAS} = \frac{0,25 \text{ mL } K_2Cr_2O_7}{\text{mL de FAS consumidos}}$$

Anexo 1

Evaluación de metodologías para la elaboración de balance de pérdidas de aceite y almendras

Generalidades

En este documento se presentan de manera general los resultados obtenidos a partir de las evaluaciones realizadas para las diferentes metodologías aplicadas en los laboratorios de las plantas de beneficio.

Dado que las metodologías para la determinación de pérdidas de aceite y almendra incluyen una etapa de muestreo, la evaluación de la fase analítica y de toma de muestras en el proceso se planteó de manera independiente, iniciando con la analítica, debido a que la misma sirve de soporte para la evaluación de la de muestreo.

La Figura 1 resume el esquema general de la

metodología de ensayo, iniciando con una etapa de diagnóstico en las plantas de beneficio y una posterior revisión bibliográfica de los trabajos realizados anteriormente sobre el tema en particular. De dicha etapa de diagnóstico se obtuvo como resultado el estado del arte.

Con el fin de recopilar información básica que diera soporte a evaluaciones posteriores, especialmente en la formulación del diseño experimental (tanto en la fase de evaluaciones en laboratorio como en la de toma de muestras en planta) se inició con la diagnosis de los procedimientos utilizados en los laboratorios de plantas de beneficio en las diferentes zonas palmeras del país.

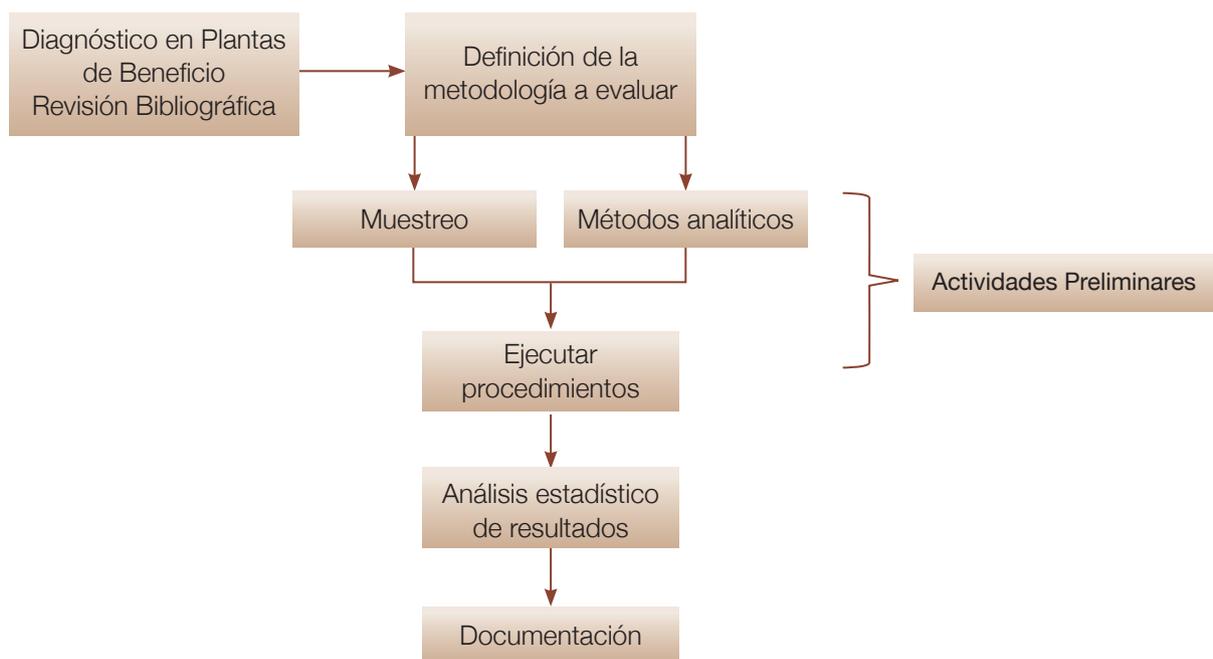


Figura 1. Metodología general para el desarrollo del proyecto.

Estado del arte

Desde la primera edición del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999), se han desarrollado trabajos de investigación que involucran aspectos relacionados con las metodologías para la determinación de pérdidas de aceite y almendra, y parámetros de calidad de los productos terminados.

Con el inicio del programa de reducción de pérdidas de aceite y almendra en las diferentes etapas del proceso en el año 1998, se plantearon trabajos en temas específicos como la estandarización de la técnica analítica para la determinación de ácidos grasos libres presentes en el aceite de palma crudo colombiano (García, JA: *et al.*). Se evaluaron aspectos relevantes como peso de la muestra, volumen de alcohol, temperatura, concentración de la base y grado de agitación durante la titulación.

Luego, mediante la implementación del balance de pérdidas en plantas de beneficio de las zonas Norte y Central (García, JA; Yáñez, EE; Rodríguez N. 2000), se generó una herramienta de control que permite cuantificar en unidades de tasa de extracción la cantidad de aceite eliminada en cada flujo másico que sale del proceso. Un trabajo similar se hizo en cuanto a la etapa de recuperación de almendras (Durán, Q. *et al.* 2000), el cual propuso evaluar y clasificar las pérdidas de almendra acorde con su magnitud en cada capítulo. Durante este trabajo se evaluaron aspectos de muestreo como el tamaño (peso de la muestra) y tiempos de medición de flujo en plantas de beneficio ubicadas en la Zona Norte. El proyecto tuvo repercusión en otras zonas del país y mostró la importancia que tiene este tipo de mediciones como complemento del balance de pérdidas de aceite (Durán, Q; García, JA; Yáñez, EE. 2001).

A partir de esta serie de trabajos y con el apoyo de los Comités Asesores de Plantas de Beneficio de las diferentes zonas palmeras, se logró generar procedimientos de muestreo y metodologías de análisis en laboratorio para el capítulo de recuperación de almendra, incluyendo algunos parámetros de control de proceso en el documento denominado: "Manual de laboratorio para el control de pérdidas en el proceso de recuperación de almendra". Dichos métodos fueron evaluados en plantas de beneficio de las diferentes zonas.

Para la elaboración de los balances de pérdidas, tanto de aceite como de almendra, la etapa de muestreo es de gran relevancia en la represen-

tatividad y confiabilidad de los datos reportados. Como también lo es que se generen argumentos estadísticos confiables para corroborar o modificar las metodologías utilizadas por las plantas de beneficio en la toma de muestras.

Mediante la valoración del muestreo en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma (Yáñez, EE: *et al.*, 2002), se establecieron rutinas de muestreo en los puntos de pérdidas de mayor interés como tusas, fibras, efluentes líquidos y nueces, incluyendo en de los análisis realizados evaluaciones intermuestra e intramuestra, con el fin de determinar variaciones en los contenidos de aceite debidas a la naturaleza de la muestra (composición) y al efecto del lapso utilizado en su acumulación.

Una vez establecidas las metodologías en las zonas Central, Norte, Occidental y Oriental, se estimó el promedio nacional de pérdidas de aceite en aproximadamente 2,2% aceite/RFF y la eficiencia de procesamiento en un rango de 85-90% (datos 2000). En los últimos años, y basados en un plan de acción elaborado por Cenipalma y las plantas de beneficio, se ha logrado reducir las pérdidas de aceite entre 0,3 y 0,5% aceite/RFF (Yáñez, EE; García, JA., 2002).

Luego, y como un primer paso en la actualización del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999), se realizó una aproximación al diagnóstico de plantas de beneficio en las zonas Norte y Central en cuanto a los métodos utilizados para la determinación del balance de pérdidas de aceite y almendra (Fernández, CA; Yáñez, EE., 2006). Se trataba de obtener los elementos necesarios para una primera etapa en la estandarización de las técnicas analíticas para la determinación de parámetros de calidad y pérdidas de aceite crudo en fibras, tusas y efluentes (Cenipalma, Informe de labores 2006).

Como resultado de este proceso, se pone a consideración de los lectores el presente documento, en el cual, como se había mencionado, se condensan los resultados de diversos trabajos de investigación y experiencias en torno al tema metodológico en laboratorios de plantas de beneficio.

Evaluación de metodología alternativa para la determinación de pérdida de aceite en nueces

Las evaluaciones precedentes de pérdida de aceite en las nueces presentan variaciones estadísticas

significativas para diferentes frecuencias de muestreo. Con el fin de identificar posibles errores incluidos en el análisis por causa de filtraciones de aceite de palmiste a través del cuesco durante la extracción mediante el sistema Soxhlet, se planteó la realización de un análisis preliminar con el material en el Laboratorio de Caracterización de Aceites de Cenipalma.

El mismo evaluó el contenido de aceite y el perfil de ácidos grasos para el aceite extraído en tres muestras de nueces provenientes de la torta de prensas, dos de las cuales son lavadas con jabón de forma superficial para identificar y determinar la concentración relativa del ácido láurico.

Preparación de las muestras

La muestra grande de nueces enteras seleccionadas se homogenizó y se dividió en tres partes iguales para realizar los siguientes tratamientos:

1. **Nueces enteras sin lavar:** para determinar la concentración de ácidos grasos y usarse como blanco de análisis.
2. **Nueces enteras lavadas:** se lavaron con jabón para retirar al máximo el aceite de palma adherido sobre la nuez y estimar la posible contaminación de aceite de palmiste durante la extracción del aceite en la determinación de pérdidas en las nueces.
3. **Nueces enteras lavadas se golpearon para retirar la almendra:** se realizó la extracción de aceite sobre los cuescos sin almendra, para determinar si en su interior existe efecto residual del aceite de palmiste.

La variable por medir en todas las determinaciones fue la concentración relativa de ácido láurico en las muestras, aunque se determinaron las concentraciones relativas de todos los ácidos grasos presentes en los aceites extraídos.

Determinación del contenido de aceite

El contenido de aceite en las muestras se determinó usando el sistema soxhlet y hexano como solvente. Después de culminado el proceso de extracción, las soluciones se roto-evaporaron y el residuo final se secó con un flujo de nitrógeno gaseoso. Los aceites se usaron para la determinación del perfil de ácidos grasos.

Determinación del perfil de ácidos grasos

La determinación de la composición de ácidos grasos se realizó mediante cromatografía líquida

de alta eficiencia (HPLC) con detector UV-Vis, previa derivación de los ácidos grasos libres a ésteres de pbromafenacilo según la metodología descrita por Vioque *et ál.* (1985) y Korte *et ál.* (1986), con variaciones hechas por el Laboratorio de Caracterización de Aceites.

La cuantificación se realizó mediante el método de normalización de áreas. Los resultados se expresaron en porcentaje masa a masa (m/m), para lo cual se empleó un factor correspondiente a la relación de pesos moleculares de cada ácido graso, tomando como base el ácido esteárico. La discusión de los resultados se enfocó en el ácido láurico, que normalmente se encuentra entre 0 y 0,25% en el aceite de palma y entre 40-55% en el de palmiste.

La hipótesis planteada para el análisis de los resultados fue la siguiente: con las nueces sin lavar se observaría el comportamiento normal del aceite extraído; con las nueces lavadas se observaría si en la extracción del aceite de palma de la superficie de la nuez se filtra el aceite de palmiste a través del cuesco, y en los cuescos sin almendra se observaría si queda aceite de palmiste remanente adherido en la parte interna del cuesco.

Entonces, en las nueces enteras sin lavar y lavadas se encontró contaminación del aceite de palmiste en el aceite de palma que se extrae para cuantificar la pérdida. De alguna manera, en el proceso de extracción de aceite el solvente penetra por el cuesco a la almendra y extrae parte de aceite de palmiste.

En el caso de las nueces sin lavar, el aceite de palmiste está en $28 \pm 5\%$ de la concentración total de aceite extraído, mientras que en el aceite de las nueces enteras lavadas se encuentra en $51 \pm 5\%$ (Figura 2). El valor más alto en esta última muestra se debe a que, aunque se intentó retirar al máximo con jabón el aceite de la superficie de la nuez, de todas formas las partes fibrosas retuvieron aceite de palma.

En el caso de la extracción del aceite a partir de los cuescos sin almendras, se encontró que el aceite solo tiene el 1% de láurico, lo que está dentro del rango característico del aceite de palma. Esto permite concluir que el aceite extraído de los cuescos es únicamente el que se encontraba en las partes fibrosas de la nuez que corresponde al aceite de palma, y que bajo las condiciones de este ensayo no hay retención de aceite de palmiste en la parte interna del cuesco de las nueces sin almendra.

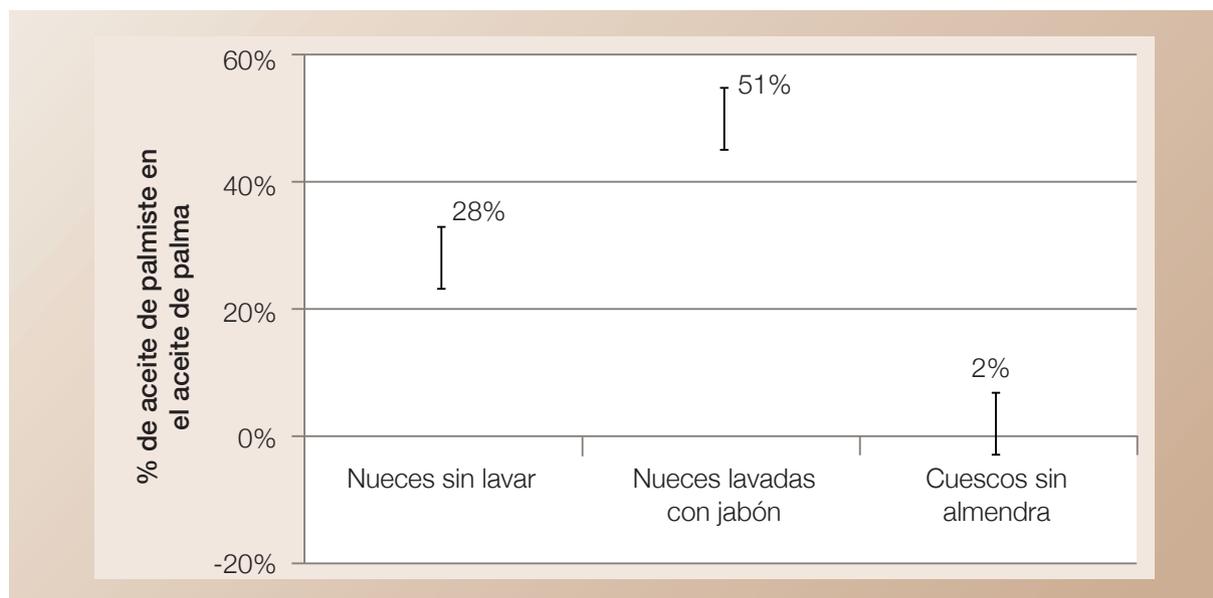


Figura 2. Contenido relativo de aceite de palmiste (concentración) en el aceite de palma extraído en cada tratamiento realizado a la nuez.

A partir de los resultados obtenidos, se propone el uso de una metodología alternativa en la cual se extraiga el aceite de las cáscaras obtenidas a partir de la ruptura de las nueces secas. De esta manera se evita extraer y cuantificar el aceite de palmiste contenido en las almendras.

Evaluación de tamaños de muestra para la determinación de pérdidas de aceite y almendra, y control del proceso

Generalidades

Adicionales al muestreo, existen cuatro factores que determinan la metodología para el análisis de contenido de aceite, a saber: el tamaño de la muestra para análisis, el secado de la muestra, el solvente utilizado y el tiempo de extracción. El secado de la muestra puede ser controlado mediante la correcta operación de los equipos de secado y la realización periódica de curvas de humedad. El tiempo de extracción para diferentes solventes fue evaluado posteriormente para los tamaños de muestra definidos a partir de este ensayo.

Teniendo en cuenta la información recopilada tanto de la revisión bibliográfica como del reconocimiento inicial a las prácticas aplicadas en las plantas de beneficio de las diferentes zonas, se evaluaron inicialmente los tamaños de muestra

más usados para cada uno de los focos de pérdida de aceite y almendra en el proceso (Tabla 1).

La variable evaluada en cada material es el porcentaje de aceite con respecto a los sólidos secos no aceitosos en la muestra (SSNA). El análisis de la información mediante estadística descriptiva permite conocer las desviaciones estándar y los coeficientes de variación (como porcentaje) entre tamaños para las variables mencionadas, y proporciona información acerca de la repetibilidad de los análisis en el laboratorio. Se planteó un diseño estadístico completamente aleatorio (DCA).

Se realizó el análisis de varianza y la comparación de medias mediante test de Tukey con $\alpha = 0,01$, con el fin de identificar diferencias estadísticas entre los diferentes tamaños de muestra evaluados para cada tipo de material.

La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos (% aceite/SSNA) para las metodologías de determinación de contenido de aceite evaluadas. Las tablas 3 y 4, los resultados para determinación de pérdidas de almendra (% almendra/muestra) y parámetros de control de proceso (%/muestra). Las letras "a" y "b" junto a los valores promedio indican la existencia de diferencias significativas. Letras iguales indican que no existen diferencias significativas ($p > 0,05$), mientras que letras diferentes para un mismo material evaluado indican que sí las hay ($p < 0,05$).

Tabla 1. Programación de experimentación en etapa analítica

Tipo de análisis	Muestra	Tamaño de la muestra
Pérdida aceite	fibras	3 (10, 15 y 20 g)
	nueces	3 (10, 15 y 20 g)
	tusas	3 (15, 20 y 25 g)
	condensados	3 (30, 40 y 50 g)
	lodos	3 (30, 40 y 50 g)
Pérdida de almendra	fibras	3 (300, 400, 500 y 1.000 g)
	cuesco seco	3 (200, 300, 400 y 500 g)
	cuesco húmedo	4 (200, 300, 400 y 500 g)
Calidad almendra	humedad	
	contenido aceite	3 (10, 20 y 30 g)
	impureza	3 (400, 500 y 1000 g)
Calidad del aceite de palmiste	humedad	
	impurezas	
Calidad aceite crudo de palma	humedad	
	impurezas	
Calidad torta de palmiste	humedad y aceite residual	3 (15, 20 y 25 g)
Parámetros de control de proceso	rotura en prensas	3 (300, 400 y 500 g)
	rotura en mezcla triturada	3 (300, 400 y 500 g)

Tabla 2. Resultados del análisis de datos para evaluación de tamaños de muestra para contenido de aceite

Material evaluado	Tamaño de la muestra (g)	Promedio (% Ac/SSNA)		Desviación estándar	Coefficiente de variación (%)
Lodo	30	18,12	a	0,399	2,2
	40	18,07	a	0,126	0,7
	50	17,42	a	0,969	5,6
Fibra	10	6,86	a	0,527	7,7
	15	6,67	a	0,463	7,0
	20	6,66	a	0,495	7,4
Torta de palmiste	15	13,37	a	0,918	6,9
	20	12,69	a	0,298	2,3
	25	12,78	a	0,322	2,5

Nueces	10	0,61	a	0,021	3,5
	15	0,67	a	0,022	3,9
	20	0,61	a	0,071	11,7
Condensados	30	28,90	a	0,639	2,4
	40	27,31	b	0,932	3,4
	50	26,51	b	0,594	2,2
Almendra	10	107,97	a	4,062	3,8
	15	105,94	a	2,126	2,0
	20	106,25	a	1,508	1,4
Tusas	10	12,03	a	0,467	3,9
	15	12,68	a	0,477	3,8
	20	12,32	a	0,4034	3,3

Tabla 3. Resultados del análisis de datos para evaluación de tamaños de muestra para contenido de almendras

Material evaluado	Tamaño de la muestra (g)	Promedio (% almendra)		Desviación estándar	Coefficiente de variación (%)
Fibra	200	2,18	a	0,230	10,6
	300	2,47	a	0,119	4,8
	400	2,09	a	0,266	12,7
	500	1,99	a	0,252	12,7
Cáscaras	200	25,30	a	1,229	4,9
	300	23,83	a	2,360	9,9
	400	25,87	a	1,292	5,0
	500	22,55	a	1,232	5,5
Cáscaras húmedas	200	5,44	a	0,681	12,5
	300	4,84	a	0,412	8,5
	400	5,29	a	0,738	14,0
	500	5,55	a	0,815	14,7

Tamaños de la muestra para pérdida de aceite en fibras

Aproximación metodológica

Se evaluaron 10, 15 y 20 gramos de fibra proveniente de la torta de prensas en cuatro repeticiones

por tamaño. Una muestra global de torta de prensas homogenizada y cuarteada se dividió en 12 submuestras de 30 gramos aproximadamente, las cuales se limpiaron cuidadosamente de materiales como nueces rotas y enteras, almendras y cuesco.

La muestra de fibra usada para cuantificar pérdidas de aceite se obtiene a partir de la torta

Tabla 4. Resultados del análisis de datos para evaluación de tamaños de muestra para parámetros de control de proceso

Material evaluado	Tamaño de la muestra (g)	Tamaño de la muestra (g)		Desviación estándar	Coefficiente de variación (%)
Impureza almendra	400	8,94	a	0,232	2,59
	500	8,31	a	1,060	12,76
	2000	8,07	a	0,526	6,51
Rotura mezcla triturada	300	3,84	a	0,863	22,45
	400	2,98	a	0,532	17,85
	500	2,92	a	0,836	28,64
Rotura torta de prensas	300	9,88	a	0,723	7,31
	400	16,13	b	1,050	6,51
	500	17,17	b	1,853	10,80

de prensas. Esta fibra, proveniente de la etapa de extracción, contiene un polvillo fino constituido principalmente por los restos de las células que llevan dentro de sí el aceite y algunas impurezas. El mismo absorbe fácilmente el aceite; de hecho, ensayos previos han permitido establecer que puede contener hasta 35% del total del aceite que se cuantifica en la fibra.

Con el fin de evitar afectar la muestra con la pérdida del polvillo, se toma cuidadosamente la muestra de fibra y se separan los materiales no deseados (contenidos normalmente en la torta de prensas) como cáscaras, nueces y almendras.

Las muestras se secaron en horno microondas aplicando un ciclo de secado previamente establecido para el tipo de muestra evaluada. Las muestras secas se sometieron a extracción mediante soxhlet con bencina petróleo como solvente, durante un tiempo aproximado de cinco horas.

Análisis de resultados

Los datos obtenidos reportan bajas desviaciones para los tres tamaños. No hay diferencias significativas entre los tamaños de muestra evaluados para % aceite/SSNA ($p > 0,05$).

La estadística descriptiva para los datos generados en los análisis de pérdidas de aceite muestra que el tamaño de 15 gramos presenta el menor porcentaje en desviación estándar con respecto a los tamaños de 10 y 20 gramos.

Mediante análisis de varianza se estableció que no hay diferencias significativas entre

los tamaños de muestra evaluados ($p > 0,05$). Sin embargo, durante la experimentación se observa que el tamaño de 10 gramos presenta mayor facilidad en su manipulación para la elaboración de los cartuchos y montaje de las muestras mediante sistema soxhlet; adicionalmente, es el tamaño más común usado en las plantas de beneficio. De acuerdo con lo expuesto, se recomienda usar 10 gramos de muestra para la determinación de pérdida de aceite en fibras.

Determinación de tamaños de muestra para pérdida de aceite en tusas

Aproximación metodológica

En muestras de tusas se evaluaron 10, 15 y 20 gramos en cuatro repeticiones. La muestra evaluada se obtuvo realizando el muestreo según recomendaciones del manual de laboratorio de Cenipalma, picando finamente un cuarto entero de tusa (pedúnculo y espigas) hasta obtener una muestra homogénea que se cuarteó para separar 12 submuestras en los tamaños requeridos.

El secado de la muestra se realizó conforme a las curvas de calibración para el horno microondas más un exceso de secado de los cartuchos de dos horas en horno de resistencia a 105 °C. Se procedió a la extracción durante un periodo de cinco horas.

Análisis de resultados

Se observa baja desviación entre los contenidos de aceite. No se presentan diferencias significativas entre los tamaños evaluados para las variables reportadas ($p > 0,05$). Sin embargo, al igual que con las muestras de fibra, el tamaño de 10 gramos facilita la experimentación, máxime cuando la rigidez de este tipo de fibras dificulta la elaboración de los cartuchos. Por lo anterior se puede recomendar usar un tamaño de muestra de 10 gramos para la determinación de pérdida de aceite en tusa.

La tusa es un material caracterizado por su dureza, y por ello mediante el picado convencional es difícil obtener muestras totalmente homogéneas con pequeños tamaños de partícula. Durante la experimentación, se observó que el tamaño al que se reducen las fibras, tanto de las espigas como del pedúnculo, influye notablemente en la homogeneidad de la muestra para analizar; por tanto, se recomienda prestar especial interés en esta etapa del muestreo.

Determinación de tamaños de muestra para pérdida de aceite en nueces

Aproximación metodológica

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en las evaluaciones preliminares a nueces, se realizó la evaluación de pérdida de aceite utilizando para la extracción soxhlet únicamente los cuescos provenientes de las nueces enteras de torta de prensas.

De una muestra de torta de prensas se seleccionaron 1.000 gramos de nueces enteras sin fisuras, las cuales se secaron en el horno de resistencia a 105 °C durante un periodo de tres horas. Ya frías, se rompieron separando totalmente el cuesco.

El total del cuesco obtenido se homogenizó y cuarteó para obtener doce submuestras en los tamaños definidos. Se realizó extracción por soxhlet en cuatro repeticiones por tamaño durante cinco horas aproximadamente, manteniendo el criterio del solvente incoloro.

Análisis de resultados

El porcentaje aceite/SSNA (% de aceite sobre sólidos secos no aceitosos) corresponde a la extracción realizada en cáscaras sueltas y estimadas para el total de la muestra de nueces enteras (Tabla 2).

La evaluación de pérdida de aceite en nuez mediante la extracción de aceite del cuesco muestra bajos coeficientes de variación, teniendo en cuenta la heterogeneidad de la muestra. Entre ellos se destaca el tamaño de 10 gramos de cuesco seco, equivalente a aproximadamente 20 gramos de nuez entera húmeda.

No hay diferencias significativas entre los tamaños evaluados, por lo cual, bajo las condiciones de este ensayo, se puede recomendar usar el tamaño de muestra de 10 gramos para la determinación de pérdida de aceite en nueces.

Determinación de tamaños de muestra para pérdida de aceite en efluentes

Aproximación metodológica

Los tamaños de muestras evaluados para determinar pérdida de aceite en condensados de esterilización y lodos de centrifugas es de 30, 40 y 50 gramos.

Se tomó una primera muestra de cada tipo de efluente, se homogenizó en caliente (temperatura aproximada de 50 °C) para obtener cuatro submuestras por tamaño. El secado de las muestras se llevó a cabo en horno microondas, según las curvas de calibración obtenidas en la etapa preliminar.

Se elaboraron los cartuchos cuando la muestra estaba aún húmeda, con el fin de evitar que el papel se adhiriera a la cápsula y provocara pérdida de muestra. Los cartuchos se sometieron a secado adicional en horno de resistencia por ocho horas a 105 °C. Se extrajo el aceite mediante soxhlet por cinco horas, contemplando el criterio de solvente incoloro en el extractor.

Análisis de resultados

La datos para condensados de esterilización muestran que no existen diferencias significativas en los contenidos de aceite para los tamaños de 40 y 50 gramos (Tabla 2). Sin embargo, estos dos tamaños de muestra son significativamente diferentes al de 30 gramos. Bajo las condiciones de este ensayo y considerando que el menor coeficiente de variación se obtuvo para 50 gramos, se recomienda este último como tamaño de muestra para determinación de pérdida de aceite en condensados de esterilización.

Por su naturaleza, los condensados de esterilización requieren de cuidado en su montaje, debido a que cambios en la temperatura de la muestra y tiempos prolongados en reposo pueden hacer que el aceite contenido en ella se separe parcialmente. Se recomienda calentar y agitar suavemente al momento de su análisis, con el fin de evitar errores en esta etapa.

Por su parte, los datos obtenidos con las muestras de lodos presentan desviaciones bajas y coeficientes de variación máximos de 5,6% (Tabla 2). En este material no se presentan diferencias significativas entre los tamaños evaluados ($p > 0,05$). Sin embargo, se observa que usar muestra de 30 gramos facilita la realización del procedimiento en el laboratorio, por lo cual se recomienda usarlo para la determinación de pérdida de aceite en lodos provenientes de centrífugas.

Teniendo en cuenta que la densidad de las muestras de efluentes evaluadas no tuvo variaciones importantes durante el desarrollo de los análisis, las metodologías planteadas a partir de los resultados obtenidos para muestras líquidas se desarrollan a partir de volúmenes de muestra (ml).

Evaluación de la metodología para la determinación de almendras en fibras, y cuescos secos y húmedos

Aproximación metodológica

Los tamaños evaluados en la determinación de pérdida fueron 200, 300, 400 y 500 gramos de fibra ciclónica, cuesco seco y cuesco húmedo (Tabla 3). Se tomaron muestras globales, las cuales se homogenizaron y cuartearon hasta obtener submuestras en cuatro repeticiones para cada uno de los tamaños de muestra planteados.

Con el fin de homogenizar el criterio para cuantificar la almendra presente en la muestra, se estableció que la separación de almendras rotas se realice desde un tamaño aproximado de 2 milímetros.

Análisis de resultados

En general, los análisis de pérdida de almendra presentan coeficientes de variación mayores que los observados para pérdidas de aceite, debido a la naturaleza heterogénea de las muestras en la sección de palmistería.

En los análisis realizados para pérdidas de almendra en fibras, cáscaras secas y húmedas se observa que no se presentan diferencias significativas entre los tamaños de muestra evaluados.

Bajo las condiciones de este ensayo, se consideraron los coeficientes de variación obtenidos y la facilidad en la aplicación de la metodología como criterios para recomendar el uso de 300 gramos como tamaño de muestra para el análisis de pérdida de almendra en fibras, cáscaras secas.

Determinación del contenido de impureza en la almendra seca

Aproximación metodológica

Se evaluaron tamaños de muestra de 400, 500 y 2.000 gramos de almendra seca a la salida del proceso. Las muestras globales fueron homogenizadas y cuarteadas hasta obtener submuestras para cuatro repeticiones con cada uno de los tamaños mencionados.

Se evaluó el contenido de impureza, reportado como las cáscaras libres y adheridas presentes en la muestra.

Análisis de resultados

El análisis de varianza muestra que no hay diferencias significativas entre los tamaños evaluados y que el menor coeficiente de variación lo presenta el tamaño de 400 gramos (Tabla 4). Bajo las condiciones de este ensayo, y con el objetivo de facilitar el análisis, se recomienda el uso de 400 gramos de muestra para la determinación de impurezas en almendras secas y húmedas.

Determinación del contenido de aceite en almendra y aceite residual en torta de palmiste

Aproximación metodológica

Estos análisis no están contemplados en la primera versión del manual de laboratorio de Cenipalma; sin embargo, son de gran importancia frente a la necesidad de aumentar la eficiencia en el proceso de extracción de almendra y aceite de palmiste.

Para la torta de palmiste se evaluaron tamaños de muestra de 15, 20 y 25 gramos. La muestra se secó en horno microondas aplicando el ciclo

previamente establecido. Se suministró un tiempo extra de secado de dos horas a los cartuchos, en un horno de resistencia a 105 °C.

Las muestras se sometieron a extracción por solvente mediante soxhlet durante cinco horas. En este tipo de muestras se dificulta aplicar el criterio del solvente incoloro en el extractor para determinar el tiempo del análisis, debido al color del aceite de palmiste. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en las pruebas preliminares de extracción con diferentes solventes, y dado que la torta de palmiste es un material cuyo tamaño de partícula es pequeño y uniforme, se estima que este tiempo es suficiente para garantizar una extracción completa del aceite.

En cuanto a la almendra, para evaluar contenido de aceite se contemplaron los tamaños 10, 15 y 20 gramos de almendra. Una muestra compuesta de aproximadamente 500 gramos se trituró finamente. De la muestra homogenizada se obtuvieron las submuestras en los tamaños requeridos. Se evaluaron cuatro repeticiones. La almendra triturada se secó en horno de resistencia durante dos horas y media a 105 °C, y se sometió a extracción por solvente durante cinco horas.

Análisis de resultados

La torta de palmiste se caracteriza por ser un material homogéneo y fino que facilita el análisis y la extracción, razón por la que se observan porcentajes en coeficientes de variación bajos. En la Tabla 5 se observa que no hay diferencias significativas entre los tamaños evaluados para todas las variables reportadas.

En el caso de la almendra, el porcentaje de aceite en la muestra húmeda presenta diferencias significativas entre el peso de muestra de 10 gramos con respecto a los demás. Sin embargo, la variable final de %aceite/SSNA no presenta diferencias significativas, debido a que incluye las variaciones tanto en la humedad como en el contenido de aceite.

Bajo las condiciones de este ensayo, con el fin de facilitar el análisis en laboratorio y dado que no se tienen diferencias significativas, se recomienda el uso de 15 gramos para el análisis contenido residual de aceite en torta de palmiste y 10 gramos para el contenido de aceite en almendra.

Evaluación de la metodología para la determinación de porcentaje de nueces rotas en la torta de prensas, y porcentaje de rotura de las nueces

Aproximación metodológica

Los análisis de parámetros de control en el laboratorio son evaluaciones rápidas que permiten tener un indicador de la calidad en la operación del proceso. Es el caso del porcentaje de rotura de la nuez en la torta de prensas y la rotura en la mezcla triturada luego de rompedores. Ya que estos son análisis que requieren relativamente poco tiempo y cuyos puntos de muestreo están ubicados en puntos determinantes del proceso, constituyen herramientas muy útiles a la hora de tomar decisiones respecto a acciones correctivas en el mismo.

En la evaluación de rotura en mezcla triturada se evalúa el porcentaje de nueces que pasaron enteras o semi-rotas a través de los rompedores. Se evaluaron los tamaños de 300, 400 y 500 gramos en los que se determinó el porcentaje de rotura como la relación entre la suma de las nueces enteras y parcialmente rotas, con respecto a las nueces totales en la muestra.

Análisis de resultados

Los datos proporcionados en los análisis para mezcla triturada y torta de prensas muestran coeficientes de variación más altos que los reportados para métodos anteriores, lo que sugiere una alta variabilidad asociada a la heterogeneidad de la muestra (Tabla 4). No se presentan diferencias significativas entre los tamaños evaluados para la mezcla triturada, mientras que el tamaño de 300 gramos es diferente para la torta de prensas. Así, y bajo las condiciones de este ensayo, se recomienda el tamaño de 400 gramos de muestra para la evaluación de la rotura en mezcla triturada y torta de prensas.

En general, se observa que la mayoría de los tamaños evaluados y escogidos según los resultados del análisis de varianza corresponden a los tamaños de muestra comúnmente utilizados por gran parte de las plantas de beneficio en el país, según las recomendaciones hechas en el *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). La Tabla 5 resume los tamaños de muestra recomendados según los datos obtenidos en este estudio y los reportados en la primera versión del manual.

Determinación del contenido de impureza en la almendra seca

Aproximación metodológica

Se evaluaron tamaños de muestra de 400, 500 y 2.000 gramos de almendra seca a la salida del proceso. Las muestras globales fueron homogenizadas y cuarteadas hasta obtener submuestras para cuatro repeticiones con cada uno de los tamaños mencionados.

Se evaluó el contenido de impureza, reportado como las cáscaras libres y adheridas presentes en la muestra.

Análisis de resultados

El análisis de varianza muestra que no hay diferencias significativas entre los tamaños evaluados y que el menor coeficiente de variación lo presenta el tamaño de 400 gramos (Tabla 4). Bajo las condiciones de este ensayo, y con el objetivo de facilitar el análisis, se recomienda el uso de 400 gramos de muestra para la determinación de impurezas en almendras secas y húmedas.

Determinación del contenido de aceite en almendra y aceite residual en torta de palmiste

Aproximación metodológica

Estos análisis no están contemplados en la primera versión del manual de laboratorio de Cenipalma; sin embargo, son de gran importancia frente a la necesidad de aumentar la eficiencia en el proceso de extracción de almendra y aceite de palmiste.

Para la torta de palmiste se evaluaron tamaños de muestra de 15, 20 y 25 gramos. La muestra se secó en horno microondas aplicando el ciclo previamente establecido. Se suministró un tiempo extra de secado de dos horas a los cartuchos, en un horno de resistencia a 105 °C.

Las muestras se sometieron a extracción por solvente mediante soxhlet durante cinco horas. En este tipo de muestras se dificulta aplicar el criterio del solvente incoloro en el extractor para determinar el tiempo del análisis, debido al color del aceite de palmiste. Teniendo en cuenta los resultados obtenidos en las pruebas preliminares de extracción con diferentes solventes, y dado que la torta de palmiste es un material cuyo tamaño de partícula es pequeño y uniforme, se estima que este tiempo

es suficiente para garantizar una extracción completa del aceite.

En cuanto a la almendra, para evaluar contenido de aceite se contemplaron los tamaños 10, 15 y 20 gramos de almendra. Una muestra compuesta de aproximadamente 500 gramos se trituró finamente. De la muestra homogenizada se obtuvieron las submuestras en los tamaños requeridos. Se evaluaron cuatro repeticiones. La almendra triturada se secó en horno de resistencia durante dos horas y media a 105 °C, y se sometió a extracción por solvente durante cinco horas.

Análisis de resultados

La torta de palmiste se caracteriza por ser un material homogéneo y fino que facilita el análisis y la extracción, razón por la que se observan porcentajes en coeficientes de variación bajos. En la Tabla 5 se observa que no hay diferencias significativas entre los tamaños evaluados para todas las variables reportadas.

En el caso de la almendra, el porcentaje de aceite en la muestra húmeda presenta diferencias significativas entre el peso de muestra de 10 gramos con respecto a los demás. Sin embargo, la variable final de %aceite/SSNA no presenta diferencias significativas, debido a que incluye las variaciones tanto en la humedad como en el contenido de aceite.

Bajo las condiciones de este ensayo, con el fin de facilitar el análisis en laboratorio y dado que no se tienen diferencias significativas, se recomienda el uso de 15 gramos para el análisis contenido residual de aceite en torta de palmiste y 10 gramos para el contenido de aceite en almendra.

Evaluación de la metodología para la determinación de porcentaje de nueces rotas en la torta de prensas, y porcentaje de rotura de las nueces

Aproximación metodológica

Los análisis de parámetros de control en el laboratorio son evaluaciones rápidas que permiten tener un indicador de la calidad en la operación del proceso. Es el caso del porcentaje de rotura de la nuez en la torta de prensas y la rotura en la mezcla triturada luego de rompedores. Ya que estos son análisis que requieren relativamente poco tiempo y

cuyos puntos de muestreo están ubicados en puntos determinantes del proceso, constituyen herramientas muy útiles a la hora de tomar decisiones respecto a acciones correctivas en el mismo.

En la evaluación de rotura en mezcla triturada se evalúa el porcentaje de nueces que pasaron enteras o semi-rotas a través de los rompedores. Se evaluaron los tamaños de 300, 400 y 500 gramos en los que se determinó el porcentaje de rotura como la relación entre la suma de las nueces enteras y parcialmente rotas, con respecto a las nueces totales en la muestra.

Análisis de resultados

Los datos proporcionados en los análisis para mezcla triturada y torta de prensas muestran coeficientes de variación más altos que los reportados para métodos anteriores, lo que sugiere una alta variabilidad asociada a la heterogeneidad de la muestra (Tabla 4). No se presentan diferencias significativas entre los tamaños evaluados para la mezcla triturada, mientras que el tamaño de 300 gramos es diferente para la torta de prensas. Así, y bajo las condiciones de este ensayo, se recomienda el tamaño de 400 gramos de muestra para

la evaluación de la rotura en mezcla triturada y torta de prensas.

En general, se observa que la mayoría de los tamaños evaluados y escogidos según los resultados del análisis de varianza corresponden a los tamaños de muestra comúnmente utilizados por gran parte de las plantas de beneficio en el país, según las recomendaciones hechas en el *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999). La Tabla 5 resume los tamaños de muestra recomendados según los datos obtenidos en este estudio y los reportados en la primera versión del manual.

Actividad de verificación en diferentes laboratorios

Los ensayos realizados para determinar los tamaños (pesos) de muestra que presentan los menores coeficientes de variación fueron realizados en su totalidad en un laboratorio por parte de un analista.

Una de las interrogantes generalizadas en las plantas de beneficio es la determinación de la variabilidad de los datos generados al incluir el efecto de diferentes analistas, equipos y laboratorios. Con el fin de realizar una primera aproximación

Tabla 5. Tamaños de muestra recomendados para análisis de pérdidas de aceite y almendra, y parámetros de control de proceso

Material evaluado	Tamaño de la muestra evaluado (g)	Tamaño seleccionado	Tamaño de la muestra sugerido (Manual versión 1)
Aceite en fibra	10, 15 y 20	10 (g)	10 (g)
Aceite en tusa	10, 15 y 20	10 (g)	15 (g)
Aceite en nueces (cáscaras)	10, 15 y 20	10 (g)	50 (g - nueces)
Aceite en condesados	30, 40 y 50	50 (ml)	50 (g)
Aceite en lodos	30, 40 y 50	30 (ml)	50 (g)
Aceite en almendra	10, 15 y 20	10 (g)	10 (g)
Aceite en torta de palmiste	15, 20 y 25	15 (g)	-
Aceite en cáscaras secas	200, 300, 400 y 500	300 (g)	500 (g)
Almendra en cáscaras húmedas	200, 300, 400 y 500	300 (g)	500 (g)
Almendra en fibras	200, 300, 400 y 500	300 (g)	500 (g)
Rotura en mezcla triturada	300, 400 y 500	400 (g)	-
Rotura en torta de prensas	300, 400 y 500	400 (g)	-
Impureza de la almendra	400, 500 y 2000	400 (g)	2000

para valorar el error de los métodos debido a estas variables, se realizó una actividad de verificación con la participación de los laboratorios de plantas extractoras de las zonas Central y Oriental.

Para el ensayo se tomaron muestras globales, homogenizadas y divididas hasta obtener 24 submuestras, las cuales fueron debidamente empacadas y distribuidas por triplicado a cada laboratorio. La logística del ensayo permitió que las evaluaciones de las muestras se realizaran de manera simultánea con el fin de evitar interferencias en los datos por los cambios en la humedad de las mismas.

La estadística descriptiva para los datos obtenidos muestra los coeficientes de variación para las diferentes metodologías evaluadas (Figura 3). En ella se observa que las muestras de palmistería presentan las mayores variaciones, asociadas a la alta heterogeneidad en su composición, mientras que muestras más homogéneas como la fibra, torta de palmiste y muestras líquidas (en especial los lodos) generan rangos de variación menores.

La mayor variación es reportada para el análisis de contenido de almendra en fibra. Este comportamiento está asociado al tamaño de partícula

de almendra que se separa de la fibra, puesto que, aun cuando se recomienda que se aislen partículas desde los 2 milímetros, el error experimental asociado a la pericia del analista tiene gran influencia en la variación del dato reportado.

Además, durante estas evaluaciones se generaron “diagramas de Youden”, con el fin de estimar de manera cualitativa la proporción entre los errores aleatorios y sistemáticos originados en cada laboratorio participante. Este ejercicio permitió identificar problemas comunes que adicionan error experimental en los análisis. Los principales identificados por medio de este ejercicio son:

- Pesaje de las muestras en caliente.
- Deficiente homogenización en las muestras líquidas.
- No cuantificar partículas de almendra de pequeños diámetros.
- Errores repetidos en los cálculos de los porcentajes.
- No secar el papel (tarar) antes del montaje de los cartuchos para los análisis de contenido de aceite.

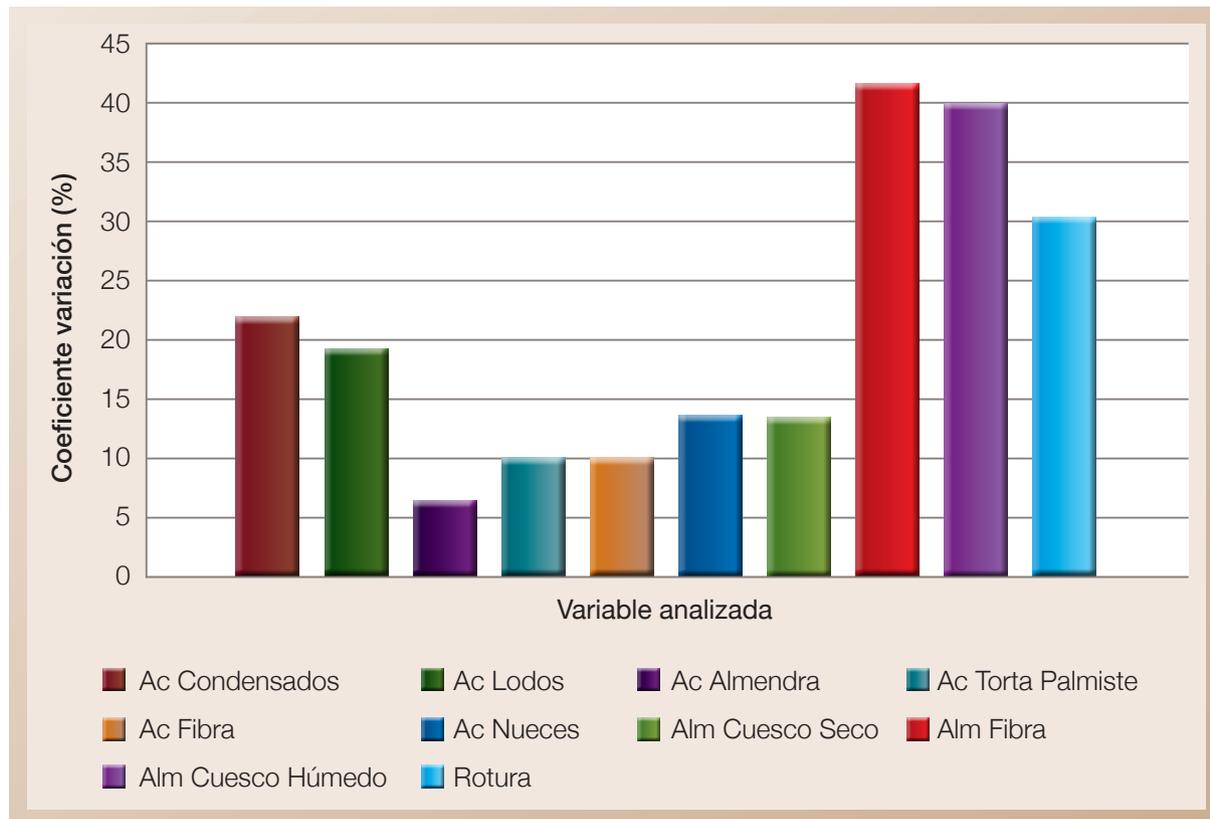


Figura 3. Coeficientes de variación para las diferentes metodologías evaluadas en actividad interlaboratorios.

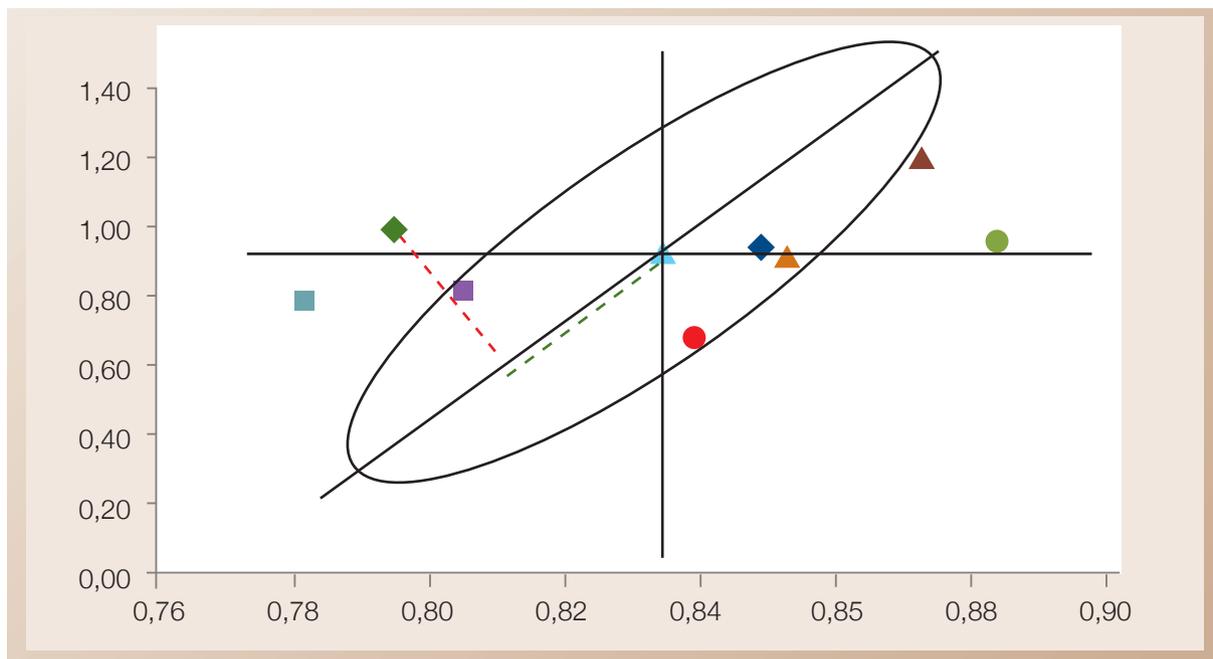


Figura 4. Ejemplo diagrama de Youden para % aceite/muestra húmeda en condensados de esterilización.

El diagrama de Youden se genera a partir de relacionar en un plano cartesiano dos valores de la misma variable determinada sobre una misma muestra homogenizada para un ensayo interlaboratorios. Posteriormente se genera una diagonal con ángulo de 45° que pase por el punto determinado como el valor verdadero o de referencia. En este caso, cuando la distribución de los datos es normal, el valor de referencia es tomado como el promedio general.

Se genera una elipse sobre la diagonal y se divide nuevamente el plano cartesiano en cuatro cuadrantes (Figura 4).

Por cada laboratorio participante se grafican un par o varios pares de puntos al azar y se ubican en el diagrama. La ubicación de dichos puntos en cualquiera de los cuatro cuadrantes es analizada de manera individual. Las distancias desde el punto central paralelas a la diagonal indican cualitativamente la incidencia de errores sistemáticos en el análisis (dos valores pequeños). Distancias desde la diagonal principal y perpendiculares a ella indican presencia de errores aleatorios en el análisis.

De esta manera, la ubicación de los puntos en los cuadrantes 1 y 4 indica que predominan los errores aleatorios, asociados a factores ambientales, de características propias de la muestra y de experticia del analista. La ubicación en los cuadrantes 2 y 3 indica que predominan errores sistemáticos asociados a vicios en la aplicación

de la metodología, errores de cálculo reiterativos o problemas de calibración en los equipos utilizados. La información obtenida permitió retroalimentar el proceso con los laboratorios participantes, con el fin de corregir los errores predominantes identificados.

En general, los datos obtenidos en este ejercicio muestran diferencias estadísticas significativas para los métodos de evaluación de contenido de aceite en condensados, torta de palmiste y almendra. Mientras que no se encontraron diferencias estadísticas en los datos reportados para aceite en lodos provenientes de centrifugas, fibra y tusa.

Los datos anteriores y las observaciones de los diagramas de Youden muestran que la humedad tiene una influencia determinante en los datos reportados, especialmente para las evaluaciones de contenido de aceite.

Evaluación del contenido de aceite en fibra, tusa y lodos a partir de la extracción con diferentes solventes

Los factores de variación identificados para la metodología mediante la cual se determina el contenido de aceite en materiales como tusa, fibras y efluentes líquidos, tomando en cuenta las evaluaciones previas realizadas, son:

- Tamaño de muestra (peso).
- Contenido de humedad de la muestra (calidad del secado).
- Solvente utilizado.
- Tiempo de extracción por solvente (permanencia en equipo soxhlet).

En cuanto a los tamaños de la muestra, se identificaron los tamaños comúnmente utilizados en los laboratorios de las plantas de beneficio para los diferentes materiales evaluados, incluyendo los recomendados en la primera versión del *Manual de laboratorio en plantas de beneficio de Cenipalma* (1999).

El contenido de humedad de las muestras es un factor determinante, puesto que el agua interfiere en la selectividad del solvente. Además, la variable en la cual se reporta comúnmente este tipo de pérdidas se basa en el contenido de sólidos secos no aceitosos. Variaciones en el contenido de humedad alteran la base sobre la cual se reporta el porcentaje final de aceite que se pierde en los flujos de estos materiales. Dicho efecto es especialmente notorio en las muestras de efluentes líquidos como lodos y condensados provenientes de esterilización.

La extracción por solvente se realiza mediante un sistema soxhlet, en el que el solvente circula realizando pasos continuos sobre la muestra evaluada. Los solventes más utilizados para este proceso son hexano, éter de petróleo y tricloroetileno.

El tiempo durante la extracción debe ser suficiente para que el solvente capture la totalidad del aceite contenido en la muestra. De manera general, los tiempos de extracción utilizados normalmente en las plantas de beneficio oscilan entre una y cinco horas.

Se realizaron evaluaciones previas para determinar el efecto de los diferentes solventes utilizados y el tiempo de extracción en el contenido de aceite para muestras sólidas y líquidas como fibra, tusa y lodos provenientes de centrifugas. Este ensayo se realizó en dos etapas.

Etapa 1 Aproximación metodológica

Se evaluó el comportamiento del contenido de aceite en fibras y lodos para tiempo fijo de extracción de cinco horas, analizando los contenidos de aceite, la recuperación del solvente y el efecto de los solventes en la naturaleza de la muestra (sólida o líquida). Se utilizaron muestras de fibras y lodos, debido a que estas presentan mayor homogenei-

dad en su composición con respecto a la tusa y los condensados de esterilización, con lo cual se reduce el error debido a la naturaleza de la muestra. Se utilizaron tres solventes: hexano, éter de petróleo y tricloroetileno.

El diseño experimental utilizado en esta etapa fue de bloques completos al azar en cinco repeticiones. En cada repetición se evaluó el porcentaje de aceite para cuatro muestras de lodos y cuatro de fibras en las que se determinó: porcentaje de humedad, porcentaje de aceite en base húmeda, porcentaje de aceite sobre sólidos secos no aceitosos y porcentaje de recuperación de solvente.

Las muestras se secaron hasta peso constante usando el horno microondas. Los tamaños de muestra utilizados fueron de 10 gramos para la fibra y 50 para el lodo. Luego de la recuperación del solvente, se midió el volumen consumido para cada análisis y tipo de muestra.

Factor 1: Solvente

Nivel: (3) hexano, éter y tricloroetileno

Factor 2: Tipo de muestra

Nivel: (2) fibra y lodo

Análisis de resultados

Se analizaron los datos correspondientes al contenido de aceite en muestra seca, por ser la variable directamente afectada por la diferencia de solvente. El contenido de humedad de la muestra no presentó diferencias significativas entre las repeticiones.

Se realizó un análisis estadístico de bloques completos al azar con arreglo factorial. En el análisis preliminar de los datos se observó mediante test de Shapiro Wilk que estos no se distribuían normalmente, por lo que se transformaron con la función $\ln(x)$.

La Figura 5 muestra el comportamiento del contenido de aceite en muestra seca para la fibra (F) y el lodo (L) en los solventes finalmente analizados, a saber: n-hexano (H), bencina (E) y tricloroetileno (T).

Al realizar comparación de medias se observó que para la fibra no existen diferencias significativas entre el hexano y el éter, pero sí entre el éter y el tricloroetileno. A su vez, no hay diferencias entre el hexano y el tricloroetileno. Con lo cual se confirma al hexano como un solvente de referencia.

En cuanto a los lodos, no existen diferencias significativas entre el hexano y el éter, ni entre el éter y el tricloroetileno. Cabe anotar que los

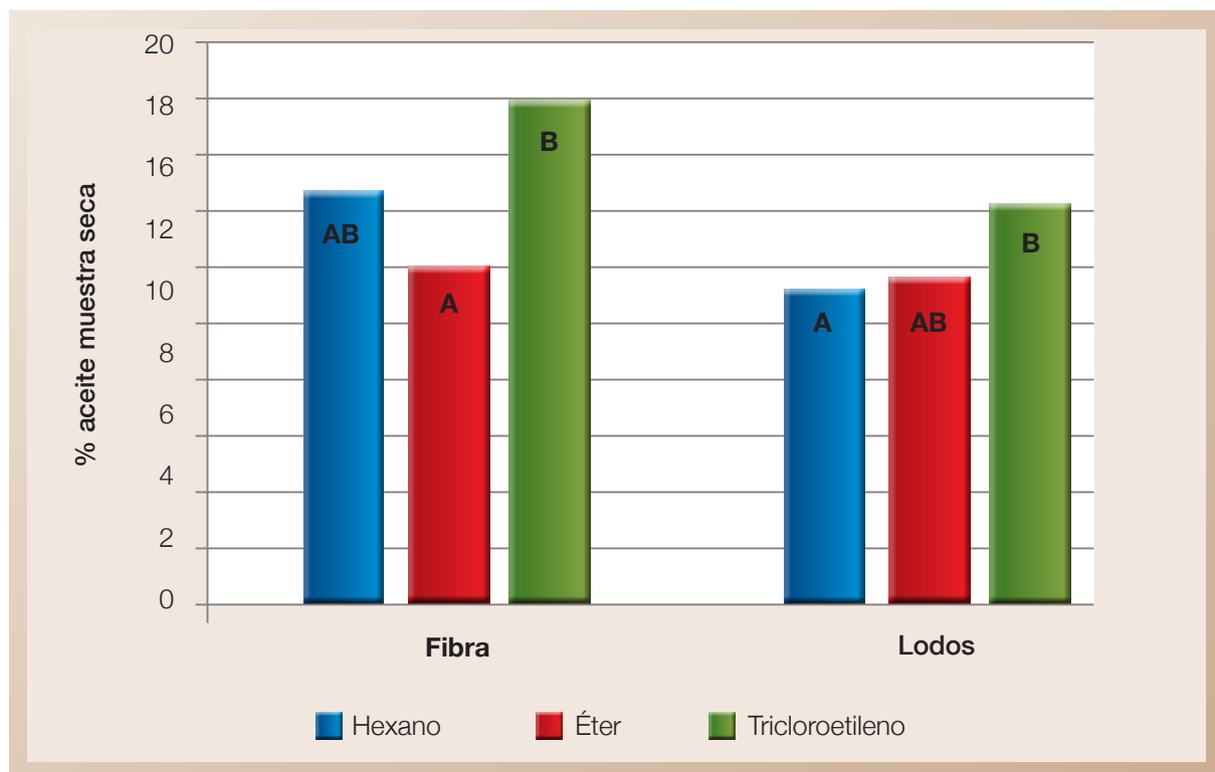


Figura 5. Variación del contenido de aceite en fibra y lodos con diferentes solventes.

mayores porcentajes de aceite fueron obtenidos con el tricloroetileno (Figura 5).

Se estima que este comportamiento puede deberse a que, por la estructura química del tricloroetileno y su naturaleza apolar, se extraen compuestos adicionales al aceite, entre ellos algunos contenidos en el papel servilleta y algodón utilizados para la elaboración de los cartuchos (ya que el contenido de aceite para esta primera etapa de los ensayos se determinó a partir del diferencial de peso del balón vacío y el balón con aceite luego de su extracción).

Por otra parte, las estructuras moleculares del hexano y el éter de petróleo son similares a pesar de que este último está compuesto por una mezcla de diferentes hidrocarburos líquidos (cadenas lineales de seis carbonos de naturaleza polar). Dicha similitud se explica a que no se hallan diferencias significativas entre los dos.

En cuanto a la recuperación de solvente, el tricloroetileno y el éter son significativamente distintos, pero a su vez cada uno de ellos no presenta diferencias con el hexano (Figura 6). Los mayores porcentajes de recuperación se alcanzan con el tricloroetileno, por su mayor punto de ebullición; sin embargo, esta variable está ligada al tiempo

de extracción y la calidad de la refrigeración en el montaje del extractor soxhlet.

Etapa 2

Aproximación metodológica

A partir de los resultados obtenidos en la primera etapa se planteó una segunda en la que se evaluaron los contenidos de aceite en muestras de fibra y lodos para tiempos diferenciales de una hora, con el fin de conocer el comportamiento de la pérdida en el tiempo, utilizando los solventes hexano, éter de petróleo y tricloroetileno. Puesto que en la primera etapa no se encontraron interacciones debidas a la naturaleza de la muestra (sólida o líquida), estos ensayos se realizaron de manera independiente para cada material. El diseño experimental fue de bloques completos al azar, con dos factores.

Factor 1: solvente nivel: (3) hexano, éter y tricloroetileno

Factor 2: tiempo nivel: (5) 1, 2, 3, 4 y 5 horas

En la evaluación se incluyó un blanco (cartuchos sin muestra), con el fin de corregir la variación de la muestra debida a la pérdida de peso del

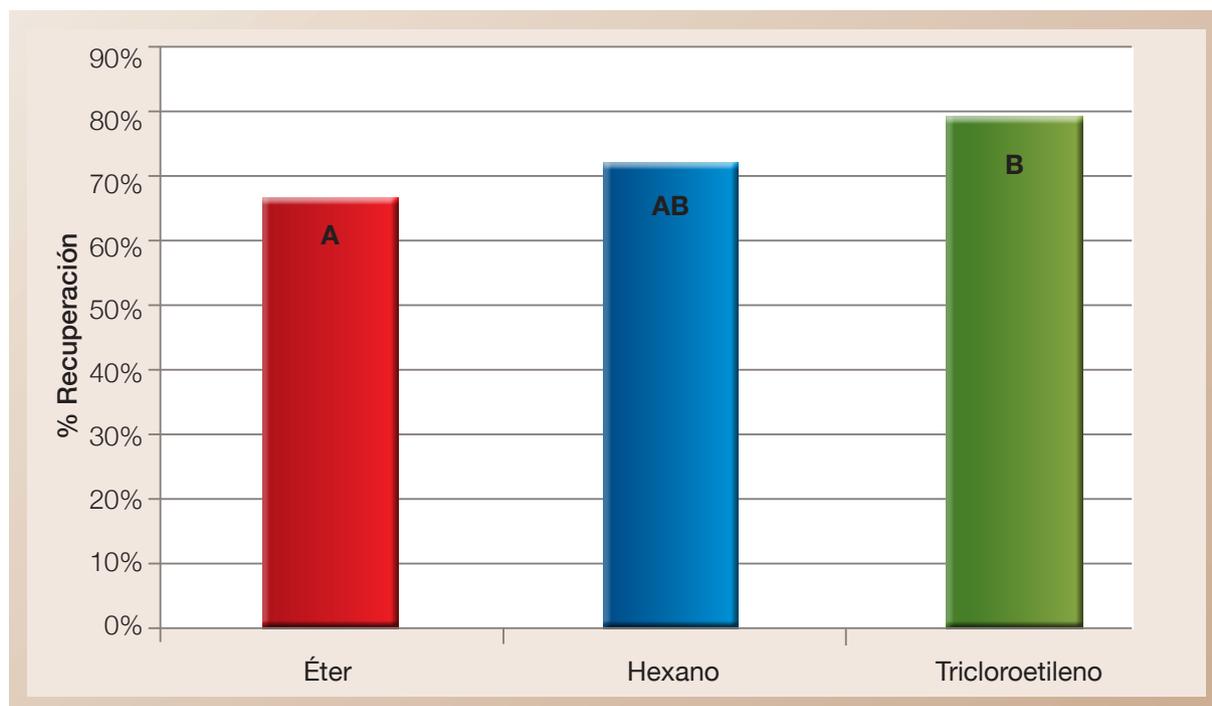


Figura 6. Recuperación de solventes. Temperaturas de ebullición: éter: 40-60 °C, hexano: 69 °C, tricloroetileno: 87 °C.

papel y el algodón, y determinar evaluar un posible arrastre de sustancias diferentes al aceite por parte del tricloroetileno.

Análisis de resultados

Resultados en prueba con lodos

Durante cada ensayo, una misma muestra es sometida al proceso de extracción por solvente mediante soxhlet durante tiempos consecutivos de una hora hasta completar cinco en total. Con el paso del tiempo, el porcentaje de aceite en la muestra aumenta y tiende a estabilizarse al final del proceso.

La Figura 7 permite observar que la muestra de lodo evaluada con tricloroetileno presenta un comportamiento diferente a las muestras evaluadas con hexano y éter de petróleo, con menores extracciones al inicio del proceso y una tendencia a estabilizarse luego de cuatro horas de extracción. El hexano y el éter, por otra parte, tienen comportamientos muy similares con tendencia a estabilizarse luego de tres horas de extracción.

La Figura 8 muestra el comportamiento en el tiempo de los incrementos en el contenido de aceite (%aceite/muestra seca). Estas variaciones son mayores en las primeras horas y tienden a cero cuando el contenido de aceite en la muestra se es-

tabiliza. Al igual que en la Figura 6, se observa que el tricloroetileno presenta decrementos constantes hasta las cuatro horas y disminuye a un valor cercano a cero en la quinta hora.

La evaluación de los incrementos permitió establecer que los datos reportados usando hexano y el éter de petróleo no presentan diferencias significativas entre sí, mientras que en tricloroetileno es significativamente diferente a las dos anteriores. Esta información permite afirmar que, bajo las condiciones del ensayo, el tiempo mínimo recomendado para la extracción de lodos (muestras líquidas) es de cuatro horas.

Las diferencias observadas en el comportamiento del contenido de aceite usando tricloroetileno entre la primera y la segunda etapa de esta evaluación permiten inferir que este solvente extrae materiales diferentes al aceite, especialmente los contenidos en los elementos utilizados para la elaboración de los cartuchos que contienen la muestra en el montaje (servilletas y algodón).

Durante la primera etapa, el contenido de aceite fue calculado a partir de las diferencias en peso en los balones de vidrio antes y después de la extracción, mientras que en la segunda, en la que se realizó un seguimiento en el tiempo, los porcentajes de aceite se calcularon a partir de los diferenciales de peso presentados por los cartuchos

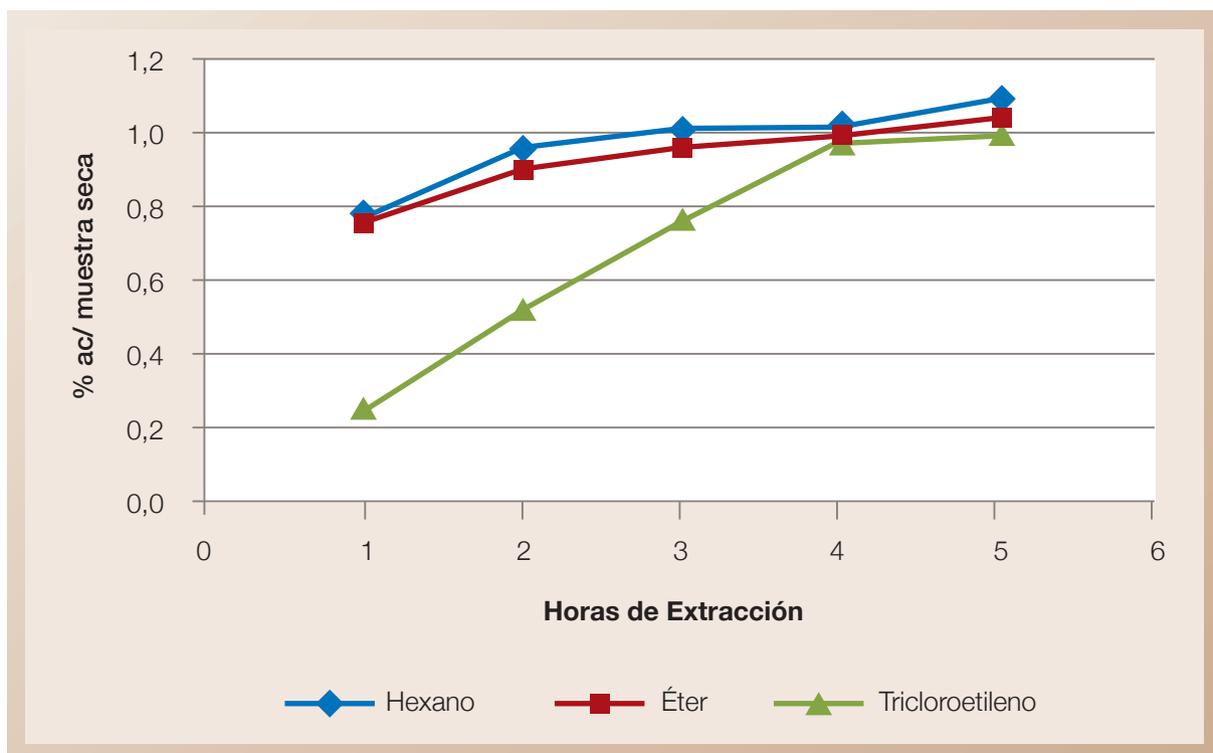


Figura 7. Comportamiento del % de aceite en muestra seca de lodo a través del tiempo.

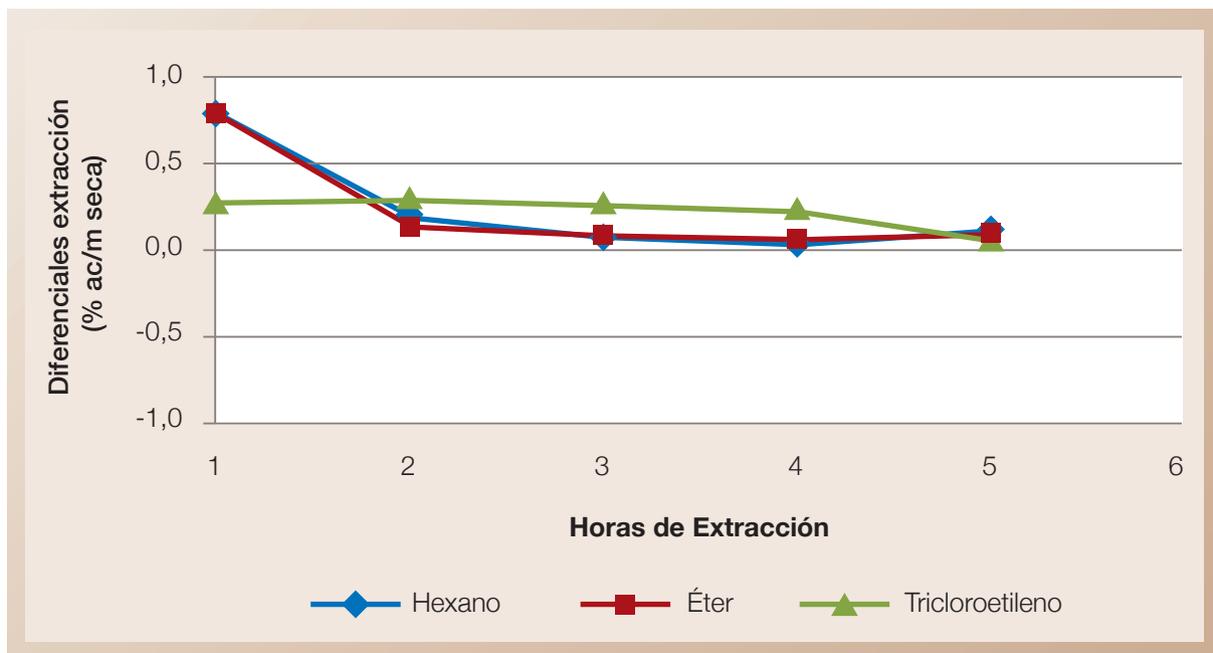


Figura 8. Comportamiento del incremento en % de aceite en lodo a través del tiempo.

que contenían la muestra. A su vez, los pesos de los cartuchos fueron corregidos mediante el blanco utilizado en las evaluaciones de manera independiente para cada tipo de solvente utilizado.

Resultados preliminares en prueba con fibras

En el caso de la muestra sólida de fibras, el comportamiento del contenido de aceite en la muestra es similar para extracción con los tres solventes

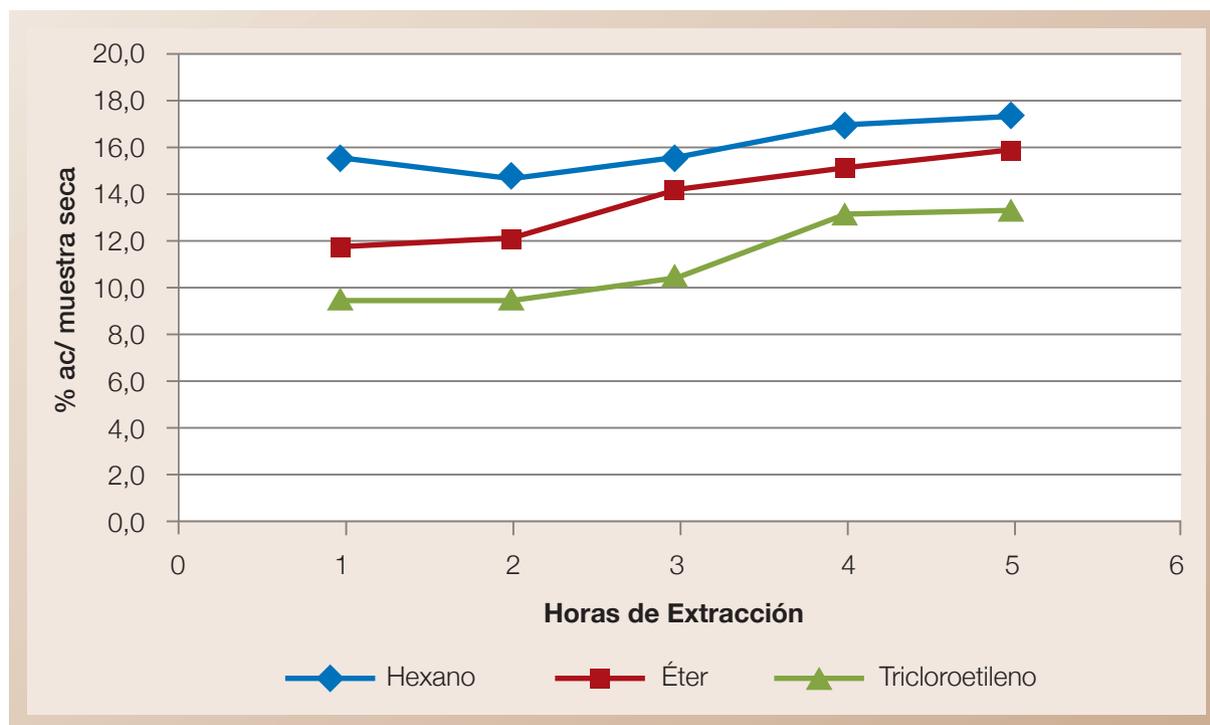


Figura 9. Comportamiento del % de aceite en muestra seca de fibra a través del tiempo.

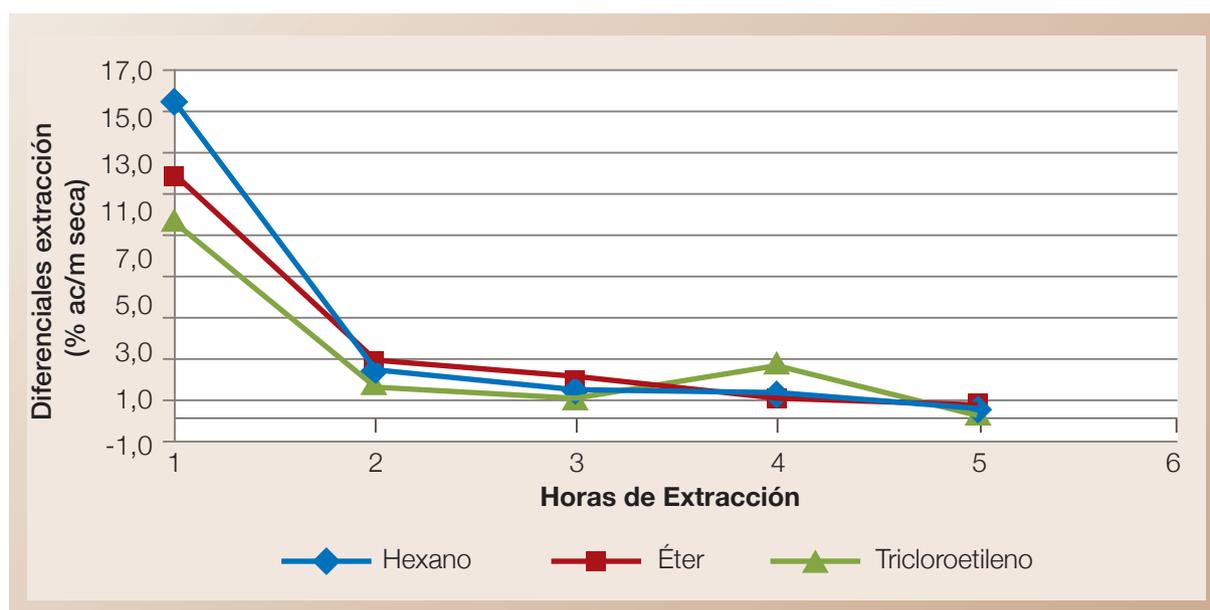


Figura 10. Comportamiento del % de aceite en fibra a través del tiempo.

evaluados; sin embargo, el porcentaje de aceite reportado para el hexano es mayor que el obtenido con éter y a su vez con tricloroetileno (Figura 9).

En la Figura 10 se muestran los decrementos en el contenido de aceite. Se observa que el contenido de aceite tiende a estabilizarse luego de la tercera hora de extracción (especialmente el hexa-

no); sin embargo, entre la tercera y la quinta hora la extracción presentada por el tricloroetileno es menos estable que las reportadas con hexano y éter. Al igual que las muestras líquidas, bajo las condiciones de este ensayo se concluye que el tiempo mínimo recomendado para extracción de aceite en fibras (muestras sólidas) es de cuatro horas.

Evaluación del contenido de aceite en tusas obtenidas a partir de diferentes métodos de muestreo

Aproximación metodológica

Con el fin de estimar las variaciones en los contenidos de aceite en tusas debida a diferentes metodologías en la toma de muestra en proceso, se realizó un ensayo para evaluar de manera simultánea las pérdidas en tusa bajo cinco tratamientos correspondientes a las cinco metodologías que actualmente se utilizan en las plantas de beneficio. Ellas son:

- Método recomendado por Cenipalma en su manual de laboratorio. Consiste en recopilar cuartos de tusa cada hora de proceso durante un turno (muestra acumulativa), picar la totalidad de los cuartos de tusa recolectados, homogenizar y cuartear consecutivamente hasta obtener una muestra de aproximadamente 200 gramos (picando nuevamente la muestra en cada cuarteo), la cual se lleva al laboratorio para proceder con la extracción del aceite.

Con frecuencia se observa que el procedimiento recomendado por Cenipalma no se aplica de forma rigurosa, puesto que no se utiliza la totalidad de los cuartos longitudinales de tusa recopilados durante el turno, sino solo uno de ellos. En este caso, la muestra a la cual se determina el contenido de aceite es puntual.

Con el objetivo de evidenciar la variabilidad que podría generar esta práctica, se incluyó su evaluación junto con el ensayo; sin embargo, los datos obtenidos no fueron incluidos para el correspondiente análisis estadístico.

- **Método de espigas con pedúnculo:** se recopila un cuarto longitudinal de tusa cada hora de proceso o turno. Al final, se cortan tres espigas con parte del pedúnculo de las secciones apical, media y basal del cuarto de tusa. Dichas espigas se pican, homogenizan y cuartean hasta obtener una muestra de aproximadamente 200 gramos, que se lleva al laboratorio para finalizar su análisis.
- **Método abreviado de las espigas:** con base en evaluaciones previas se establece una correlación entre el contenido de aceite en las espigas y a su vez la proporción espiga-pedúnculo en la tusa. Para el análisis diario se recopila un cuarto longitudinal de tusa cada

hora de proceso o turno. Al finalizar este periodo se separan las espigas de los pedúnculos, se pican, homogenizan y cuartean hasta obtener una muestra de aproximadamente 200 gramos, que se lleva al laboratorio para finalizar su análisis.

- **Método proporcional espiga y pedúnculo (70-30):** toma en cuenta la distribución de peso del pedúnculo y la espiga en la tusa. Se recopila un cuarto longitudinal de tusa cada hora de proceso o turno. Al finalizar este periodo se separan las espigas de los pedúnculos, se pican, homogenizan y cuartean de manera independiente hasta obtener una muestra de aproximadamente 200 gramos de cada componente (espiga y pedúnculo), las cuales se llevan al laboratorio para finalizar su análisis. El peso de la muestra analizada mediante sistema soxhlet contiene 70% de espigas y 30% de pedúnculo.
- **Método proporcional espiga y pedúnculo (60-40):** el procedimiento es igual al anterior, excepto porque el tamaño de la muestra analizada consta de 60% de espigas y 40% de pedúnculo.

La evaluación se desarrolló bajo un diseño experimental en bloques completos al azar para 5 tratamientos en 9 repeticiones para un total de 45 ensayos. Las muestras fueron analizadas utilizando como solvente éter de petróleo, y sometidas a un tiempo de extracción de cinco horas.

Los métodos proporcionales espigas-pedúnculos fueron implementados en las plantas extractoras con base en ensayos previos en los cuales se estableció una composición espiga-pedúnculo aproximada a estas relaciones. No obstante, se debe tener en cuenta que estas relaciones cambian constantemente en el tiempo, asociadas a las variaciones existentes en el fruto por su variedad y edad de siembra.

Análisis de resultados

Los ensayos realizados en la metodología de muestreo en tusas tienen la finalidad de estimar la variación entre los métodos evaluados y plantear el efecto que tiene sobre el resultado final del análisis el procesamiento incompleto de las muestras.

Inicialmente se realizó la comparación entre los porcentajes de aceite en tusas que se obtienen al usar la metodología de referencia (Cenipalma) de forma rigurosa y los porcentajes de aceite obtenidos aplicando la misma metodología de forma

incompleta. El diagrama de cajas y alambres (Figura 11) muestra que, aunque el valor promedio es cercano, aplicar la metodología de muestreo de forma incompleta genera mayor dispersión en los datos, lo cual se traduce en una lectura errónea de la realidad del proceso.

La Figura 12 muestra el comportamiento de los valores como porcentaje de aceite en sólidos secos no aceitosos. Con respecto al tratamiento de referencia (metodología recomendada por Cenipalma), se observa que el método con mayor dispersión es el de las espigas.

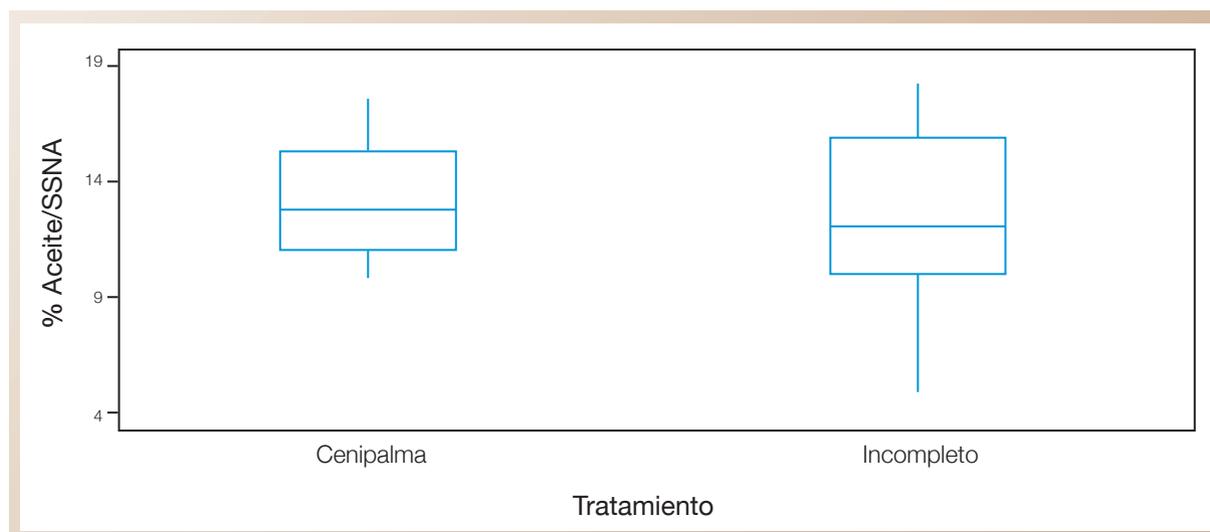


Figura 11. Diagrama de cajas y alambres para método de referencia (Cenipalma) y su aplicación de forma incompleta.

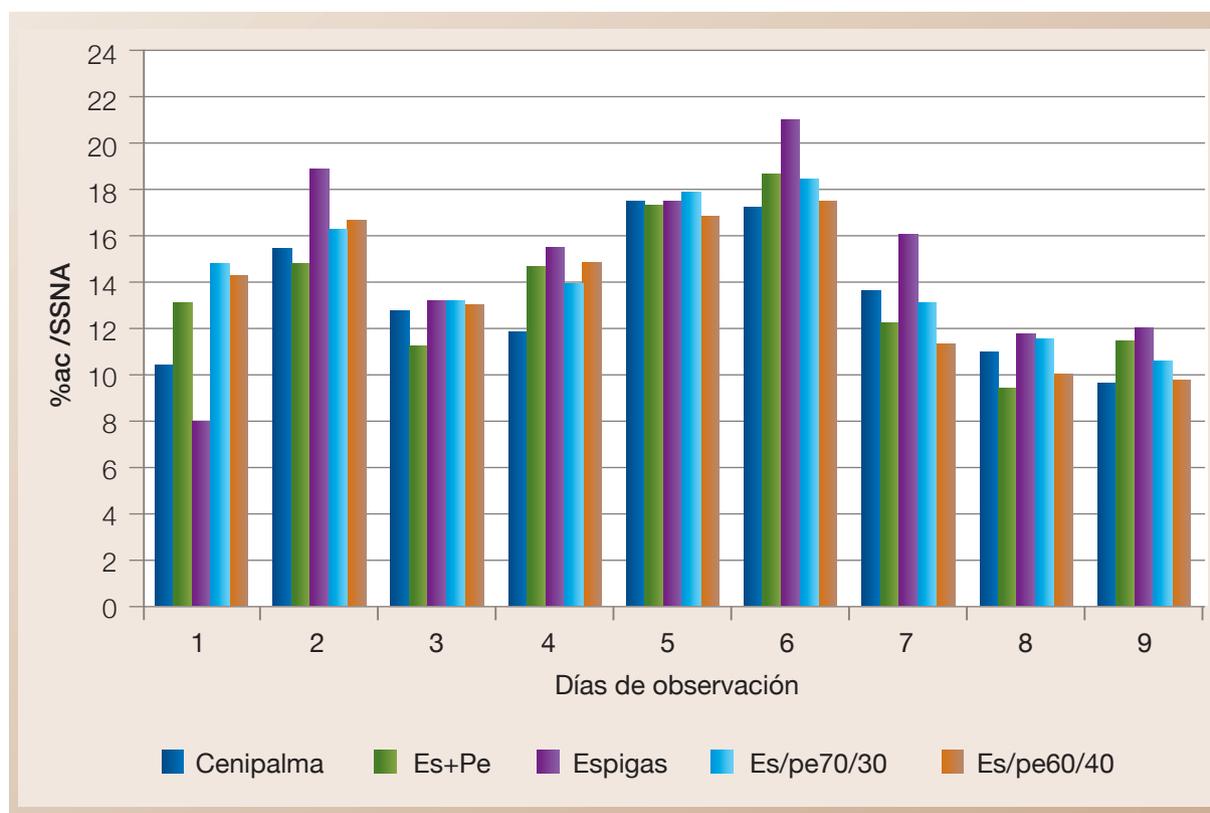


Figura 12. Comportamiento de los tratamientos evaluados durante el ensayo en tusas.

Cabe anotar que los datos aquí reportados para el método de las espigas corresponden al valor neto cuantificado en las espigas de las tusas, sin corregir con el valor de la correlación. Estos factores son generados para cada planta de beneficio en particular, y generalmente reducen el valor del porcentaje de aceite en una proporción no inferior al 20%.

En la Figura 13 se aprecia en un diagrama de cajas y alambres (BoxPlot) la dispersión de los datos con respecto al valor promedio reportado. Se observa que, aun cuando los valores promedios para los tratamientos son similares, la distribución de los datos alrededor del promedio varía.

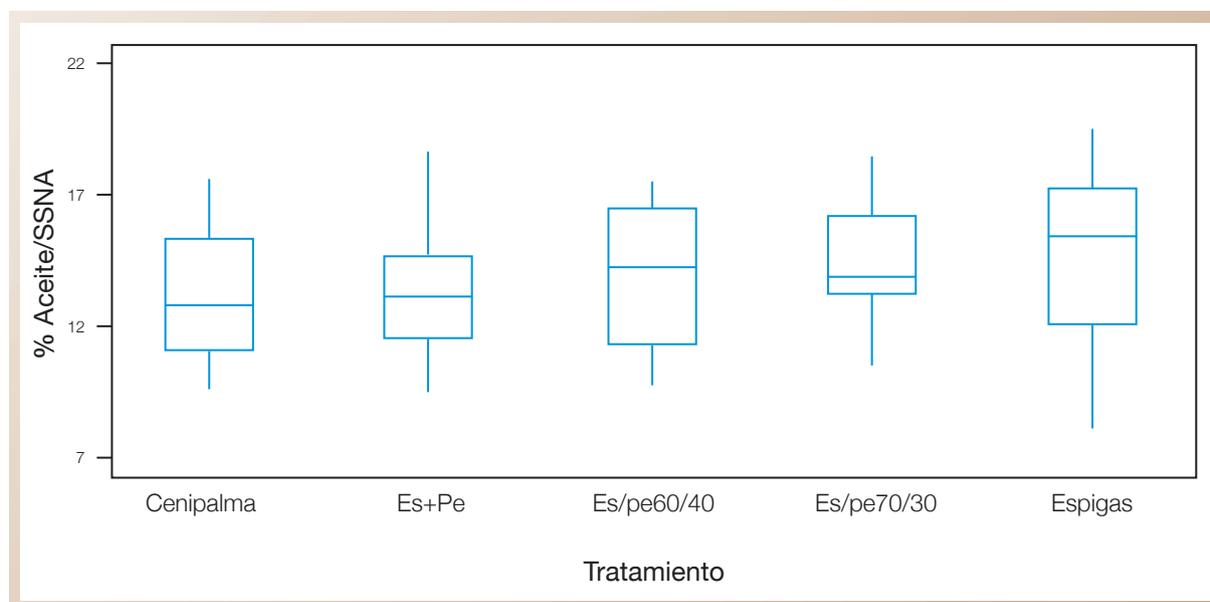


Figura 13. Comportamiento de los tratamientos evaluados mediante diagrama de cajas y alambres (BoxPlot).

El análisis de varianza (Tabla 6) muestra que no existen diferencias significativas entre tratamientos ($p > 0,05$). No obstante, la diferencia entre los tratamientos con mayor y menor porcentaje es superior al 2% aceite/SSNA.

El tratamiento de espiga y pedúnculo (70/30) reportó el menor coeficiente de variación, por lo cual se recomienda utilizar esta metodología en el

muestreo de tusas para evaluación de pérdida de aceite.

Cabe resaltar la importancia de la aplicación rigurosa del método de muestreo con el fin de evitar introducir error en la evaluación de la pérdida de aceite, con lo que se garantiza la calidad de los datos y la representatividad del comportamiento de esta variable durante el turno de proceso

Tabla 6. Resultados análisis de varianza. Comparación entre tratamientos para pruebas en muestreo de tusas

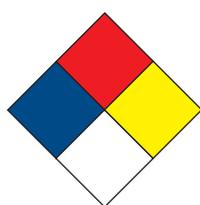
Abreviatura	Tratamiento	% aceite/SSNA (promedio)	CV (%)
Espigas	Espigas	14,81 a	27,02
Es/Pe70/30	Proporción espiga pedúnculo 70-30	14,36 a	18,78
Es/Pe60/40	Proporción espiga pedúnculo 60-40	13,74 a	21,36
Es+Pe	Espiga con pedúnculo	13,60 a	22,13
Cenipalma	Cenipalma	13,20 a	21,91

Anexo 2

Clasificación de riesgos, peligros especiales, precauciones aconsejables y aspectos de seguridad para solventes utilizados en laboratorio

Clasificación del riesgo según la NFPA (National Fire Protection Association)

La Norma NPFA 704 es un sistema normalizado para la identificación de los riesgos de incendio de los materiales, la cual establece códigos que indican el tipo de riesgo inherente a cualquier material y el orden de severidad de esos riesgos en relación con la prevención de incendios, su exposición y control. Su representación se hace con una escala de valores, localizada en un gráfico en forma de diamante, el cual está dividido en cuatro secciones de diferente color en las cuales se indica:



Riesgo para la salud	Color AZUL
Riesgo de inflamabilidad	Color ROJO
Riesgo de reactividad	Color AMARILLO
Riesgos específicos	Color BLANCO

Los primeros tres aspectos se califican con un valor comprendido en el rango 0-4, cuyo significado se describe en la siguiente Tabla 1.

Tabla 1. Niveles de calificación de riesgos, según la NFPA

Código SSNA	Significado
4	Severo
3	Alto
2	Moderado
1	Leve
0	Insignificante

Tabla 2. Relación de abreviaturas y significado

Abreviatura o símbolo	Significado
OXI	Oxidante
ACID	Ácido
ALC	Alcalino
CORR	Corrosivo
W	No use agua
X	Radioactivo

En la Tabla 3 se relacionan los productos químicos utilizados en el laboratorio de la planta de beneficio; en la Tabla 4, la clasificación de los peligros especiales (norma R) y en la Tabla 5, las precauciones aconsejables (normas S).

Tabla 3. Productos químicos usados en el laboratorio de la planta de beneficio

Producto	Fórmula	Densidad	Peligro específico	Peligro especial	Precauciones aconsejables
Ácido acético glacial	CH ₃ COOH	1L = 1.05 kg	Corrosivo	R: 10-35	S: 23-26-45
Ácido clorhídrico	HCl	1L = 1.19 kg	Corrosivo	R: 34-37	S: 26-45
Ácido sulfúrico	H ₂ SO ₄	1 L = 1,83 kg	Corrosivo	R:35	S: 2-26-30
Amoníaco (25%)	NH ₃	1L = 0,91 kg	Corrosivo	R: 34-37	S: 7-26-45
Éter de petróleo 50-70 °C		1 L = 0,66 kg	Fácilmente inflamable, nocivo	R: 11-20-48	S: 9-16-24/ 25-29-51
Dicromato de potasio	K ₂ Cr ₂ O ₇	U = 1.01 kg	Irritante	R: 36/37 38-43	S: 22-28
Etanol 96%	CH ₃ CH ₂ OH	1 L = 0.803 kg	Fácilmente inflamable	R: 11	S: 7-16
Fenoltaleína solución en etanol			Fácilmente inflamable, tóxico	R: 11-23/25	S: 7-16-24
Hexano	C ₆ H ₁₄	1L = 0,66 kg	Fácilmente inflamable, nocivo	R: 11-48/20	S: 9-16-24/ 25-29-51
Hidróxido de sodio (hojuelas)	NaOH		Corrosivo	R: 35	S: 26-37/ 39-45
Solución de ferroína		1 L = 1,0 kg	Corrosivo	R: 10-35	S: 23-26-45
Sulfato de plata	Ag ₂ SO ₄		Irritante	R: 41	S: 26-36/ 37/39
Sulfato ferroso de amonio	NH ₄ Fe(SO ₄) ₂ . 6H ₂ O		Corrosivo	R: 10-35	S: 23-26-45
Sulfato de mercurio	HgSO ₄	1 L = 1,05 kg	Muy tóxico	R: 26/27/28- 33-35	S: 13-26- 28-45
Tiosulfato de sodio	Na ₂ S ₂ O ₃	1 L = 1,05 kg	Ninguno		S: 1/2-3/7/9
Triclorometano	CHCl ₃	1L = 1,47 kg	Nocivo	R: 22-38-40- 48/20/ 22	S: 36/37
Yoduro de potasio	KI	1 L = 1,05 kg	Irritante	R: 36-38	S: 26

Tabla 4. Clasificación de peligros especiales (normas R)

R 1	Explosivo en estado seco.
R 2	Riesgo de explosión por choque, fricción, fuego y otras fuentes de ignición.
R 3	Alto riesgo de explosión por choque, fricción, fuego y otras fuentes ignición.
R 4	Forma compuestos metálicos explosivos muy sensibles.
R 5	Peligro de explosión en caso de calentamiento.
R 6	Peligro de explosión, tanto en contacto como sin contacto con el aire.
R 7	Puede provocar incendios.
R 8	Peligro de fuego en contacto con materiales combustibles.
R 9	Peligro de explosión al mezclar con materiales combustibles.
R 10	Inflamable.
R 11	Fácilmente inflamable.
R12	Extremadamente inflamable.
R 13	Gas licuado extremadamente inflamable.
R 14	Reacciona violentamente con el agua.
R 15	Reacciona con el agua liberando gases fácilmente inflamables.
R 16	Puede explosionar en mezcla con sustancias comburentes.
R 17	Se inflama espontáneamente en contacto con el aire.
R 18	Al usarlo pueden formarse mezclas aire-vapor explosivas/inflamables.
R 19	Puede formar peróxidos explosivos.
R 20	Nocivo por inhalación.
R 20k	Nocivo por inhalación.
R 21	Nocivo en contacto con la piel.
R 21k	Nocivo en contacto con la piel.
R 22	Nocivo por ingestión.
R 22k	Nocivo por ingestión.
R 23	Tóxico por inhalación.
R 23k	Tóxico por inhalación.
R 24	Tóxico en contacto con la piel.
R 24k	Tóxico en contacto con la piel.
R 25	Tóxico por ingestión.
R 25k	Tóxico por ingestión.
R 26	Muy tóxico por inhalación.
R 26k	Muy tóxico por inhalación.
R 27	Muy tóxico en contacto con la piel.
R 27k	Muy tóxico en contacto con la piel.
R 27a	Muy tóxico en contacto con los ojos.
R27ak	Muy tóxico en contacto con los ojos.
R 28	Muy tóxico por ingestión.

R 28k	Muy tóxico por ingestión.
R 29	En contacto con agua libera gases tóxicos.
R 30	Puede inflamarse fácilmente al usarlo.
R 31	En contacto con ácidos libera gases tóxicos.
R 32	En contacto con ácidos libera gases muy tóxicos.
R 33	Peligro de efectos acumulativos.
R 34	Provoca quemaduras.
R 35	Provoca quemaduras graves.
R 36	Irrita los ojos.
R 36a	Lacrimógeno.
R 37	Irrita las vías respiratorias.
R 38	Irrita la piel.
R 39	Peligro de efectos irreversibles muy graves.
R 40	Posibilidad de efectos irreversibles.
R 41	Riesgo de lesiones oculares graves.
R 42	Posibilidad de sensibilización por inhalación.
R 43	Posibilidad de sensibilización en contacto con la piel.
R 44	Riesgo de explosión al calentarlo en ambiente confinado.
R 45	Puede causar cáncer.
R 46	Puede causar alteraciones genéticas hereditarias.
R 47	Puede causar malformaciones congénitas.
R 48	Riesgo de efectos graves para la salud en caso de explosión prolongada.
R 49	Puede causar cáncer por inhalación.
R 50	Muy tóxico para los organismos acuáticos.
R 51	Tóxico para los organismos acuáticos.
R 52	Nocivo para los organismos acuáticos.
R 53	Puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente.
R 54	Tóxico para la flora.
R 55	Tóxico para la fauna.
R 56	Tóxico para los organismos del suelo.
R 57	Tóxico para las abejas.
R 58	Puede provocar a largo plazo efectos negativos para el medio ambiente.
R 59	Peligroso para la capa de ozono.
R 60	Puede perjudicar la fertilidad.
R 61	Riesgo durante el embarazo de efectos adversos para el feto.
R 62	Posible riesgo de perjudicar la fertilidad.
R 63	Posible riesgo durante el embarazo.
R 64	Puede perjudicar a los niños alimentados con leche materna.

Tabla 5. Precauciones aconsejables (normas S)

S 1	Consérvese bajo llave.
S 2	Manténgase fuera del alcance de los niños
S 3	Consérvese en lugar fresco.
S 4	Manténgase lejos de locales habitados.
S 5	Consérvese en agua.
S 5a	Consérvese en aceite de parafina.
S 5b	Consérvese en petróleo.
S 5c	Guárdese en líquido protector.
S 6	Consérvese en gas inerte especificado por el fabricante.
S 6 ^a	Consérvese en gas protector.
S 6b	Consérvese en nitrógeno.
S 6c	Consérvese en argón.
S 7	Manténgase el recipiente bien cerrado.
S 8	Manténgase el recipiente en lugar seco.
S 9	Consérvese el recipiente en lugar bien ventilado.
S 12	No se cierre el recipiente herméticamente.
S 13	Manténgase lejos de alimentos, bebidas y piensos.
S 14	Consérvese lejos de sustancias muy inflamables.
S 15	Consérvese alejado del calor.
S 16	Consérvese alejado de fuentes de ignición. No fumar.
S 17	Manténgase lejos de materias combustibles.
S 18	Manipúlese y ábrase el recipiente con prudencia.
S 20	No comer ni beber durante su utilización.
S 21	No fumar durante su utilización.
S 22	No respirar el polvo.
S 23	No respirar vapor.
S 23a	No respirar el gas.
S 23b	No respirar el humo.
S 23c	No respirar el aerosol.
S 24	Evítese el contacto con la piel.
S 25	Evítese el contacto con los ojos.
S 26	En caso de contacto con los ojos, lávese inmediatamente con abundante agua y acúdase a un médico.
S 27	Quítese inmediatamente la ropa manchada o salpicada.
S 28	En caso de contacto con la piel, lávese inmediatamente con agua abundante.
S 28a	En caso de contacto con la piel, lávese inmediatamente con abundante sulfato de cobre en solución al 2%.
S 28b	En caso de contacto con la piel, lávese inmediatamente con abundante glicol propilénico.
S 28c	En caso de contacto con la piel, lávese de inmediato con abundante polietilenglicol/etanol (1:1).
S 28d	En caso de contacto con la piel, lávese de inmediato con agua y jabón abundantes.
S 29	No tirar los residuos por el desagüe.

S 30	No echar jamás agua al producto.
S 33	Evítese la acumulación de cargas electrostáticas.
S 34	Evítense golpes y rozamientos.
S 35	Elimínense los residuos del producto y sus recipientes con todas las precauciones posibles.
S 36	Úsese indumentaria protectora adecuada.
S 37	Úsese guantes adecuados.
S 38	En caso de ventilación insuficiente, usar equipo respiratorio adecuado.
S 39	Úsese protección para los ojos/la cara.
S 40	Para limpiar el suelo y los objetos contaminados por este producto, úsese: (producto especificado por el fabricante).
S 40a	Para limpiar el suelo y los objetos contaminados por este producto, úsese carbón yodado.
S 41	En caso de incendio y/o de explosión no respire los humos.
S 42	Durante las fumigaciones/pulverizaciones, use equipo respiratorio adecuado [Denominación(es) adecuada(s) a especificar por el fabricante].
S 43	En caso de incendio, usar agua.
S 43a	En caso de incendio, usar arena seca (no usar nunca agua).
S 44	En caso de malestar, acuda al médico (si es posible, muéstrela la etiqueta).
S 45	En caso de accidente o malestar, acuda inmediatamente al médico (si es posible muéstrela la etiqueta).
S 46	En caso de ingestión, acuda inmediatamente al médico y muéstrela la etiqueta o el envase.
S 47	Conservar a una temperatura no superior a la especificada por el fabricante.
S 48	Consérvese húmedo con medio apropiado especificado por el fabricante.
S 48a	Consérvese húmedo con agua.
S 49	Consérvese únicamente en el recipiente de origen.
S 50	No mezclar con sustancias especificadas por el fabricante.
S 51	Usar únicamente en lugares bien ventilados.
S 52	No usar sobre grandes superficies en locales habitados.
S 53	Evitar la explosión – recabar construcciones especiales antes del uso.
S 54	Obtener autorización de la autoridades de control de la contaminación antes de verter hacia las instalaciones de depuración de aguas residuales.
S 55	Tratar con las mejores técnicas disponibles antes de verter en desagües o en el medio acuático.
S 56	No verter en desagües o en el medio ambiente. Eliminar en un punto autorizado de recogida de residuos.
S 57	Utilizar un envase de seguridad adecuado para evitar la contaminación del medio ambiente.
S 58	Eliminar como residuo peligroso.
S 59	Acudir al fabricante proveedor para obtener información sobre su reciclado recuperación.
S 60	Eliminar el producto y/o recipientes como residuos peligrosos.
S 61	Evitar su liberación al medio ambiente. Recabar instrucciones específicas de la ficha de datos de seguridad.
S 62	En caso de ingestión, no provocar el vómito: acudir inmediatamente al médico y mostrarle la etiqueta o el envase

Fichas de seguridad solventes utilizados en el laboratorio

Éter de petróleo (bencina de petróleo)

Descripción general:

Mezcla de diferentes hidrocarburos líquidos. Contenido en benceno <0,1%. Intervalo de ebullición de 40 °C a 60 °C purís. DAB.”

Identificación de peligros:

Fácilmente inflamable. Tóxico para los organismos acuáticos. Puede provocar a largo plazo efectos negativos para el medio ambiente acuático. **Nocivo:** si se ingiere puede causar daño pulmonar. La exposición repetida puede causar sequedad o formación de grietas en la piel. La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo.

Primeros auxilios:

- **Tras inhalación:** aire fresco. Llamar al médico en caso de molestias. Mantener libres las vías respiratorias.
- **Tras contacto con la piel:** aclarar con abundante agua. Eliminar ropa contaminada.
- **Tras contacto con los ojos:** lavar con abundante agua manteniéndolos abiertos. Acudir al oftalmólogo.
- **Tras ingestión:** riesgo de aspiración. Evitar vómito. Mantener libres las vías respiratorias. Llamar al médico. En caso de vómito espontáneo (peligro de aspiración) acudir inmediatamente al médico.

Manipulación y almacenamiento:

Mantener alejado de fuentes de ignición. Evitar carga electrostática. Trabajar bajo vitrina extractora. Evitar la inhalación de vapores.

Almacenar bien cerrado en un lugar ventilado, alejado de fuentes de ignición y de calor (de 15 a 25 °C).

Requiere el uso de elementos de protección personal: protección de los ojos, protección respiratoria en la presencia de vapores y protección de las manos.

Hexano

Descripción general:

n-Hexano. Fórmula molecular C_6H_{14} . Punto de ebullición 69 °C (1013 hPa).

Identificación de peligros:

Fácilmente inflamable. Irrita la piel. **Nocivo:** riesgo de efectos graves para la salud en caso de exposición prolongada por inhalación. Si se ingiere puede causar daño pulmonar. Tóxico para organismos acuáticos, puede provocar a largo plazo efectos negativos en el medio ambiente acuático. Posible riesgo de perjudicar la fertilidad. Si se ingiere, puede causar daño pulmonar. La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo.

Primeros auxilios:

- **Tras inhalación:** aire fresco. Llamar al médico en caso de molestias. Mantener libres las vías respiratorias.
- **Tras contacto con la piel:** lavar con abundante agua. Eliminar ropa contaminada.
- **Tras contacto con los ojos:** lavar con abundante agua manteniéndolos abiertos. Acudir al oftalmólogo.
- **Tras ingestión:** riesgo de aspiración. Evitar vómito. Mantener libres las vías respiratorias. Llamar al médico. En caso de vómito espontáneo (peligro de aspiración), acudir inmediatamente al médico. No tomar leche ni alcohol.

Manipulación y almacenamiento:

Mantener alejado de fuentes de ignición. Evitar carga electrostática. Trabajar bajo vitrina extractora. Evitar la inhalación de vapores.

Almacenar bien cerrado en un lugar ventilado, alejado de fuentes de ignición y de calor (de 15 a 25 °C).

Requiere el uso de elementos de protección personal: protección de los ojos, protección respiratoria en la presencia de vapores y protección de las manos.

Componentes	Abreviatura	Tema	Análisis específico
Entidad y tipo de documento: Cenipalma Manual de Laboratorio	CenML		
Sección	S2	Calidad	
	S3	Balance de Pérdidas	
	S4	Tratamiento de Agua y preparación de reactivos	
	CR	Calidad Racimos	Calidad de racimos en plataforma
	Cac	Calidad Aceite	1 Acidos grasos Libres
			2 Humedad y materia Volátil
			3 Humedad (método alternativo)
			4 Impurezas insolubles
			5 Índice peróxidos
			6 Índice de deterioro a la blanqueabilidad
	Cal	Calidad Almendra	1 Muestreo
			2 Acidos grasos libres
			3 Humedad almendra
			4 Impurezas
			5 Contenido aceite
	Ctp	Calidad Torta Palmiste	1 Humedad
			2 Aceite residual
	Pac	Pérdidas Aceite	1 Aceite en tusa
			2 Aceite en tusa (fruto fracturado)
			3 Aceite en fruto adherido
			4 Aceite en fibra
			5 Aceite en efluentes
			6 Aceite en nueces
	Pal	Pérdidas Almendra	1 Almendra en fibras
			2 Almendra en cascaras secas y húmedas
	CP	Control Proceso	1 Análisis rápidos
			2 Racimos mal desfrutados
			3 Rotura torta de prensas
			4 Rotura mezcla triturada
			5 Histograma de nueces

	AR	Aguas Residuales	1	Alcalinidad
			2	Acidos grasos volátiles
			3	Acidos grasos libres (metodo volumétrico)
			4	Capacidad Buffer
			5	Demanda química de oxígeno
	AC	Tratamiento Agua para Calderas	1	Residual de sulfitos
			2	Sólidos disueltos totales
			3	Oxígeno disuelto
			4	Hierro total
			5	Dureza
			1	Valoración del Hidróxido de Sodio con Ftalato Ácido de Potasio
			2	Valoración del Hidróxido de Sodio con Ácido Sulfúrico 0.1 N
			3	Preparación de Ácido Sulfúrico 0.1 N
			4	Preparación de Ácido Sulfúrico 1:1
			5	Preparación de la Fenolftaleína al 1% en etanol al 95%
			6	Preparación del Hidróxido de Sodio 0.1 N
	PR	Preparación Reactivos	7	Neutralización del Alcohol Etilico
			8	Solución estándar de Carbonato de Sodio 0.1 N
			9	Ácido sulfúrico 0.1 N
			10	Tiosulfato de sodio 0.1 N
			11	Preparación del Dicromato de Potasio 0.25 N
			12	Sulfato de Plata en Ácido Sulfúrico
			13	Solución de Sulfato Ferroso Amoniacal (FAS) 0.25 N
			14	Valoración del Sulfato Ferroso

Ejemplo: Determinación de la pérdida de aceite en tusa
CenML-S2-Pac1

CONTROL DE CAMBIOS
MANUAL DE LABORATORIO PLANTAS DE BENEFICIO PRIMARIO DE FRUTO DE PALMA
CENIPALMA

Método	Código	Revisión	Descripción del cambio	Referencia	Fecha
Calidad de racimos en plataforma	CenML-S2-CR	1	Cambio de 100 a 28 como número de racimos a evaluar	Centro de Investigaciones en Palma de Aceite CENIPALMA – SENA - SAC. 2006. Guía alterna para el análisis de racimos de Palma de Aceite. Ruíz, Rodrigo. 2000. Desarrollo del racimo y formación de aceite en diferentes épocas del año. Palmas V.21. No. Especial, Tomo I. pag 53 - 58.	may-10
Contenido de Acidos Grasos Libres (AGL) en aceite de palma y palmiste	CenML-S2-Cac1	1	NA	ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 218. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. 1999 – 16– 06. Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p 2.5, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Acidity, p. 188.	may-10
Humedad y materia volátil	CenML-S2-Cac2	1	NA	ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 287. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. 2002 – 04– 30. Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.1, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Moisture and Volatil Matter, Part 1: Method Using a Drying Oven. p. 156	may-10
Humedad con desecador halógeno o desecador infrarojo (análisis opcional)	CenML-S2-Cac3	1	NA	Manual de Laboratorio Plantas de Beneficio Primario para el Fruto de Palma de Aceite. Primera Edición. Cenipalma.1999. ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 287. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. 2002 – 04– 30.	may-10
Impurezas insolubles	CenML-S2-Cac4	1	NA	ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 240. Grasas y Aceites Animales y Vegetales: Determinación del contenido de impurezas insolubles. 2002 – 04 – 30.	may-10

				Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.1, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Impurities. p.167.	
Indice de peróxidos	CenML-S2-Cac5	1	NA	ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 236. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de peróxidos. 1998 – 08– 26 Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p2.3, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Peroxide Value. p.172.	may-10
Indice de deterioro a la blanqueabilidad	CenML-S2-Cac6	1	NA	Norma Técnica Colombiana NTC 058/09 (Última actualización) - Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de deterioro de blanqueabilidad – DOBI, (ISO 17932:2005, Animal and vegetable fats and oils -- Determination of the deterioration of bleachability index (DOBI)). NTC 5033, Grasas y aceites animales y vegetales. Preparación de la muestra para ensayo. (ISO 661).	may-10
Muestro de la almendra para análisis de calidad	CenML-S2-Cal1	1	NA	Norma Técnica Colombiana NTC 271. Cereales, leguminosas secas y sus productos molidos; muestreo de lotes estáticos. 2001-10-31.	may-10
Acidos grasos libres (AGL)	CenML-S2-Cal2	1	NA	ICONTEC. Norma Técnica Colombiana 218. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. 1999 – 16– 06. Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, p 2.5, Methods of test for palm oil and palm oil products: determination of Acidity, p. 188.	may-10
Humedad de la almendra	CenML-S2-Cal3	1	NA	Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.2, Methods of test for palm kernel products: determination of Moisture and volatile matter in palms kernel. p.69.	may-10

Método	Código	Revisión	Descripción del cambio	Referencia	Fecha
Impurezas de la almendra	CenML-S2-Cal4	1	Cambio de 2000 a 400 gramos como tamaño de muestra para análisis	Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.1, Methods of test for palm kernel products: determination of Shell and Dirt in Palm Kernel. p. 65. Evaluación metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras. Cenipalma 2009	may-10
Contenido de aceite en almendra	CenML-S2-Cal5	1	NA	Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.3, Methods of test for palm kernel products: determination of Oil content in Palm Kernell. p. 72. Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras	may-10
Humedad de la torta de palmiste	CenML-S2-Ctp1	1	Inclusión de la metodología	Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k2.26, Methods of test for palm kernel products: determination of Moisture and volatile matter in palm kernel cake. p. 109. Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras	may-10
Contenido de aceite en la torta de palmiste	CenML-S2-Ctp2	1	Inclusión de la metodología	Kuntom Ainie, Wai lin Siew, Yew Ai Tan, et al., 2005. MPOB Test Methods: A compendium of test on palm oil products, palm kernel products, fatty acids, food related products and others, k1.3, Methods of test for palm kernel products: determination of Oil content in Palm Kernell. p. 72. Cenipalma, documento interno. Informe de labores. 2008. Evaluación de metodologías para la determinación de pérdidas de aceite y almendras.	may-10
Contenido de aceite en tusa	CenML-S2-Pac1	1	Definida inicialmente por consenso. Ajuste del metodo de muestreo	Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.	may-10

			<p>Cambio de 15 a 10 gramos como tamaño de muestra para análisis</p>	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras</p>	
<p>Contenido de aceite en tusa proveniente de racimos fracturados (método alternativo)</p>	CenML-S2-Pac2	1	<p>Definida inicialmente por consenso. Ajuste del método de muestreo. Cambio de 15 a 10 gramos como tamaño de muestra para análisis</p>	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras</p>	may-10
<p>Contenido de aceite en frutos adheridos a tusa</p>	CenML-S2-Pac3	1	<p>Definida inicialmente por consenso. Ajuste método de muestreo</p>	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p>	may-10

Método	Código	Revisión	Descripción del cambio	Referencia	Fecha
				<p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras</p>	
Contenido de aceite en fibras	CenML-S2-Pac4	1	Definida inicialmente por consenso. Ajuste de método de muestreo	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras.</p>	may-10
Contenido de aceite en condensados de esterilización, lodos provenientes de centrífugas y efluentes totales	CenML-S2-Pac5	1	Definida inicialmente por consenso. Cambio de 30 a 30 mL en el tamaño de muestra de condensados para análisis. Ajuste del método de muestreo	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la</p>	may-10

				<p>evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras</p>	
Contenido de almendra en fibras	CenML-S2-Pal1	1	<p>Definida inicialmente por consenso. Ajuste en el método de muestreo. Cambio de 500 a 300 gramos de muestra para análisis</p>	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras</p>	may-10
Contenido de almendra en cáscaras secas y húmedas	CenML-S2-Pal2	1	<p>Definida inicialmente por consenso. Ajuste en el método de muestreo. Cambio de 500 a 300 gramos de muestra para análisis</p>	<p>Cenipalma, documento interno. Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma. Informe de labores 2002.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio. Informe de labores 2004.</p> <p>Cenipalma, documento interno. Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste. Informe de Labores. 2004</p>	may-10

Método	Código	Revisión	Descripción del cambio	Referencia	Fecha
				<p>Cenipalma. 2004. Manual de laboratorio para el control de pérdidas en el proceso de recuperación de almendra. (Documento en Edición).</p> <p>PORIM. 1986. Palm Oil Factory Process Handbook Part 3, Laboratory and Milling Control.</p> <p>Evaluación de metodologías para la evaluación de calidad y determinación de pérdidas de aceite y almendras.</p>	
Análisis rápidos en clarificación	CenML-S2-CP1	1	NA	Evaluación metodologías para determinación de pérdidas de aceite, almendra, calidad del aceite, almendra y torta de palmiste.	may-10
Racimos mal desfrutados	CenML-S2-CP2	1	Ajuste en el método de muestreo. Diferenciación entre racimos vacíos normales y anormales	Evaluación metodologías para determinación de pérdidas de aceite, almendra, calidad del aceite, almendra y torta de palmiste. Experiencia operativa de plantas extractoras.	may-10
Rotura en torta de prensas	CenML-S2-CP3	1	Inclusión de la metodología	Evaluación metodologías para determinación de pérdidas de aceite, almendra, calidad del aceite, almendra y torta de palmiste. Experiencia operativa de plantas extractoras.	may-10
Rotura en mezcla triturada	CenML-S2-CP4	1	Inclusión de la metodología	Evaluación metodologías para determinación de pérdidas de aceite, almendra, calidad del aceite, almendra y torta de palmiste. Experiencia operativa de plantas extractoras.	may-10
Histograma de nueces	CenML-S2-CP5	1	Inclusión de la metodología	Evaluación metodologías para determinación de pérdidas de aceite, almendra, calidad del aceite, almendra y torta de palmiste. Experiencia operativa de plantas extractoras.	may-10
Alcalinidad	CenML-S2-AR1	0			
Ácidos grasos volátiles	CenML-S2-AR2	0			
Ácidos grasos libres (método volumétrico)	CenML-S2-AR3	0			

Capacidad Buffer	CenML-S2-AR4	0			
Demanda Química de Oxígeno	CenML-S2-AR5	0			
Residual de sulfitos	CenML-S2-AC1	0			
Sólidos disueltos totales	CenML-S2-AC2	0			
Oxígeno disuelto	CenML-S2-AC3	0			
Hierro total	CenML-S2-AC4	0			
Dureza	CenML-S2-AC5	0			
Valoración del Hidróxido de Sodio con Ftalato ácido de Potasio	CenML-S2-PR1	0			
Valoración del Hidróxido de Sodio con Ácido Sulfúrico 0.1 N	CenML-S2-PR2	0			
Preparación de Ácido Sulfúrico 0.1 N	CenML-S2-PR3	0			
Preparación de Ácido Sulfúrico 1:1	CenML-S2-PR4	0			
Preparación de la Fenoltaleína al 1% en etanol al 95%	CenML-S2-PR5	0			
Preparación del Hidróxido de sodio 0.1 N	CenML-S2-PR6	0			
Neutralización del Alcohol Etilico	CenML-S2-PR7	0			
Solución estándar de Carbonato de Sodio 0.1 N	CenML-S2-PR8	0			
Ácido sulfúrico 0.1 N	CenML-S2-PR9	0			
Tiosulfato de sodio 0.1 N	CenML-S2-PR10	0			
Preparación del Dicromato de Potasio 0.25 N	CenML-S2-PR11	0			
Sulfato de Plata en Ácido Sulfúrico	CenML-S2-PR12	0			
Solución de Sulfato Ferroso Amoniacal (FAS) 0.25 N	CenML-S2-PR13	0			
Valoración del Sulfato Ferroso	CenML-S2-PR14	0			

Bibliografía

- Bernal, G. 1988. Control de extractoras: Métodos de análisis de laboratorio y control rápido de producción. *Palmas* (Colombia) 9 (N.1): 39-47.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). División de usos y procesos industriales, Programa Plantas de Beneficio. 2006. Informe de actividades enero a diciembre de 2006. Bogotá DC.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 1999. *Manual de laboratorio plantas de beneficio primario para fruto de palma de aceite*. Bogota DC.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 2004. Informe de labores 2004. Documento Interno. *Manual de laboratorio para el control de pérdidas en el proceso de recuperación de almendra*.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 2006. Informe de labores 2006. Documento Interno. *Estandarización de la técnica analítica para la determinación de ácidos grasos libres presentes en el aceite crudo de palma colombiano*.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 2004. Informe de labores 2004. Documento Interno. *Valoración estadística de las metodologías empleadas en los balances de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio*.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 2004. Informe de labores 2004. Documento Interno. *Determinación del tamaño y la frecuencia de muestreo adecuados para la evaluación de los balances de pérdidas de almendra y aceite de palmiste*.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma). 2002. Informe de labores 2002. Documento Interno. *Valoración del muestreo empleado en el balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de fruto de palma*.
- Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite (Cenipalma)-SENA-SAC. 2006. *Guía alternativa para el análisis de racimos de palma de aceite*.
- Durán, Q. 2001. Evaluación de la eficiencia en el proceso de recuperación de almendra en una planta extractora de aceite de palma. Universidad Industrial de Santander. Tesis de grado.
- Durán, Q; et ál. 2000. Evaluación del proceso de recuperación de almendra. *Palmas* (Colombia) 21(especial) 1: 357-365.
- Durán, Q; García, J.A; Yáñez, E.E. 2001. Diagnóstico del proceso de recuperación de almendra en las zonas Norte, Oriental y Central. *Palmas* (Colombia) 22(3): 63-70.
- Fernández, C.A; Yáñez, E.E. 2006. Procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio de las zonas Norte y Central. *Ceniavances*, documento en edición. Bogotá DC.
- Fuentes, L.E. 2001. Optimización y estandarización de las operaciones de esterilización, centrifugado y muestreo en el proceso de extracción de aceite de palma africana en la Zona Central. Universidad Industrial de Santander. Tesis de grado.
- García, J.A; Yáñez, E.E; Rodríguez N. 2000. Balance de pérdidas de aceite en plantas de beneficio de las zonas palmeras colombianas Norte y Central. *Palmas* (Colombia) 21(especial), 1: 375-360.
- Hernández, C; Yáñez, E.E; Granados, F. 2004. Manejo integrado de pérdidas de aceite y

- almendra. *Palmas* (Colombia) 25(especial), 2: 418-436.
- Icontec. 1999. Norma técnica colombiana 218. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de acidez y de la acidez. Junio 16.
- Icontec. 1998. Norma técnica colombiana 236. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de peróxidos. Agosto 26.
- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 240. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de impurezas insolubles. Abril 30.
- Icontec. 2001. Norma técnica colombiana 271. Cereales, leguminosas secas y sus productos molidos. Muestreo en lotes estáticos. Octubre 31.
- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 287. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. Abril 30.
- Icontec. 2002. Norma técnica colombiana 5033. Grasas y aceites animales y vegetales. Preparación de la muestra para ensayo. Febrero 20.
- International Soil Reference and information Centre. 1997. *Guidelines for Good Laboratory Practice in Soil and Plant Laboratories*. Compilado y editado por L.P van Reeuwijk.
- International Standar. ISO 17932. 2005. Animal and vegetable fats and oils. Determination of the deterioration of bleachability index (DOBI). Noviembre 1.
- Miller, J.C; Miller, J.N. 1993. *Estadística para química analítica*. Addison Wesley Iberoamericana. 2ª ed. p. 72
- Molina, D. 2004. Reducción de pérdida de almendra en tres plantas de la zona Oriental. *Palmas* 25 (especial), 2: 438-442.
- Porim. 1990. Palm oil factory process handbook part 3. Laboratory and milling control.
- Ruiz, R. 2000. Desarrollo del racimo y formación de aceite en diferentes épocas del año. *Palmas* (Colombia) 21 (especial), 1: 53-58.
- Yáñez, E.E; García, J.A. 2004. Reducción de pérdidas de aceite y almendra en plantas de beneficio en Colombia. *Palmas* (Colombia) 25 (especial), 2: 448-456.