

# El Proceso Asistido por Microondas (MAP™)<sup>1</sup>: aplicaciones para la extracción de aceite de palma

## The Microwave Assisted Process (MAP™)<sup>1</sup>: Applications to the extraction of palm oil

Jesús Alberto García Nuñez <sup>1</sup>, J.R. Jocelyn Paré <sup>2</sup>; Jacqueline M.R. Bélanger <sup>2</sup>

### RESUMEN

Los Procesos Asistidos por Microondas (MAP) son una familia de tecnologías de alta eficiencia. Aplicaciones desarrolladas hasta ahora han probado una disminución en los requisitos de energía hasta el 90% comparado con procesos convencionales. Es anticipado que la extracción "MAP" será más eficiente que otros procesos debido a su mecanismo de calefacción localizada por dentro de los tejidos vegetales comparado a una calefacción general de todo el sistema de extracción que ocurre en otros procesos. En este contexto, el uso del MAP para la extracción de aceites comestibles al nivel industrial es interesante. Se presentarán datos de eficiencia energética al nivel del laboratorio por el procesamiento de varios tejidos de palma y otras oleaginosas. Además, se realizará una discusión sobre el tipo de equipos de uso industrial. MAP es una marca de negocio de "Her Majesty The Queen in Right of Canada as represented by the Minister of the Environment".

### SUMMARY

The microwave assisted processes (MAP) are a family of technologies of high efficiency. The developed applications have until now prove a reduction in the energy requirements of up to 90% in comparison to conventional processes. It is anticipated that the MAP extraction will be more efficient than other processes because of its heating mechanism located inside the vegetal tissues in comparison to a general heating of all the system as in other processes. In this context, the use of MAP for the edible oils extraction at industrial level is interesting. Data on energy efficiency at lab level by the processing of various palm tissues and other oleaginous. Furthermore, a discussion on the type of equipment for industrial use, will be held.

Palabras claves: Aceite de palma. Fibra, Microondas, MAR Extracción

<sup>1</sup> CENIPALMA, Calle 21 No. 42-C-47, Bogotá. Colombia.

<sup>2</sup> MAP División, Environmental Technology Centre, Environment Canadá, 3439 River Road, Ottawa, ON, Canadá E1A 3E9.

## INTRODUCCIÓN

Los Procesos Asistidos por Microondas (MAP) son procesos patentados que utilizan la energía de microondas para mejorar o acelerar procesos físicos, químicos o biológicos. Inicialmente utilizados para la extracción de aceites esenciales en material vegetal (Paré 1994, 1995a, b, 1996, 1997, 1998; Paré et al. 1994), la tecnología se ha desarrollado en una variedad de aplicaciones analíticas e industriales en varios sectores (Paré et al. 1996 a, b, 1997 a, b, 1998; Li et al. 1996; Llompart et al. 1997). El MAP ofrece beneficios ambientales, económicos y de mercado. A nivel ambiental, los beneficios del MAP se logran por medio de lo que se denomina una tecnología de proceso "limpio", que evita contaminación y ahorra energía, mientras que se obtienen beneficios económicos y operacionales mediante un aumento en la rapidez y la eficacia. El MAP también ofrece beneficios de mercado mediante la innovación y la exclusividad.

### APLICACIONES ANALÍTICAS E INDUSTRIALES

El principio básico de los procesos asistidos por microondas, cuando se utilizan en la fase líquida, es el hecho de que la energía de microondas se aplica a una muestra que es sumergida en un solvente que es transparente a las microondas (o relativamente transparente a las microondas, comparado con la misma muestra). En la fase de gas no se utiliza ningún solvente en absoluto. La matriz es expuesta a la energía de microondas, se calienta y libera el compuesto objetivo en el medio del entorno relativamente frío. Esto representa muchas ventajas cuando se compara con métodos convencionales, es decir, el MAP utiliza poco solvente o ninguno; requiere significativamente menos energía y tiempo para llevar a cabo el experimento y produce rendimientos de extracción aumentados, así como pureza de extracción.

Unos pocos ejemplos de las aplicaciones analíticas del MAP son para la preparación de muestras ambientales. El método 3546 bajo SW-846 es un método analítico aprobado por US EPA que

utiliza el MAP en la fase líquida para la extracción de más de 100 contaminantes en materiales sólidos y de desperdicio (Li et al. 1996). El MAP es una tecnología de proceso "limpio" que también ha encontrado aplicaciones en el sector agri-alimentos para la extracción de sabores, colorantes, aceites esenciales y otros. Debido a su capacidad de encontrar el compuesto objetivo a ser extraído, el MAP también ha encontrado varias aplicaciones en el sector biomédico. Extracciones ambientales de contaminantes del suelo, la extracción de productos valiosos de la biomasa, son sólo unos pocos ejemplos del alcance de la tecnología.

En general, el MAP contribuye a la protección del medio ambiente en numerosos frentes. Permite el uso de solventes de más baja toxicidad o ningún solvente en absoluto. Menos solvente o ningún solvente significa la reducción de desechos en el proceso. Esto también significa que los menores requisitos de energía conservan recursos no renovables y reducen emisiones de gases de invernadero.

Cuando se compara con las técnicas de extracción convencionales, el MAP ofrece algunos de los beneficios económicos que se enumeran a continuación :

- El MAP evita la contaminación mediante una reducción potencial del 90% en el uso de solventes. Se calcula que sólo los análisis orgánicos a escala de laboratorio actualmente consumen, aproximadamente, 100.000.000 litros de solvente anualmente en todo el mundo.
- El MAP reduce las emisiones tóxicas mediante la utilización de solventes con más baja toxicidad en volúmenes significativamente más pequeños. Algunas de las actividades actuales del MAP se enfocan en aplicaciones del MAP libres de solventes.
- El MAP es una tecnología que ofrece calefacción selectiva donde puede escoger como objetivo sustancias específicas. Esta

selectividad, junto con el rápido procesamiento de la muestra, donde las horas se reducen a minutos o segundos, se traduce en reducciones significativas de energía, o sea, un promedio del 50%. Esto a su vez conduce a beneficios de cambio de clima/emisiones de gas de invernadero.

- El MAP es una tecnología "verde" de beneficio de costos que proporciona un aumento en el rendimiento de producto, así como pureza, con una reducción en recursos de materiales y energía y menos desechos. Los costos de la eliminación de desechos se reducen alrededor del 75%.
- Las aplicaciones del MAP contribuyen a la salud pública mediante la reducción de desechos tóxicos y exposición asociada para el destacamento de trabajadores (*por medio* de reducciones de solventes) y para el público en general (*por medio* de productos naturales, en vez de químicos sintéticos).
- Se logra un aumento en la productividad por medio de un proceso más rápido. Por ejemplo, en la extracción de Bifenilos Poli-Gormados (PCBs) en tejidos de animales, el MAP sólo se demoró 10 minutos, mientras que la técnica convencional se demoró más de 24 horas.

## COMERCIALIZACIÓN DEL MAP

Según se indicó antes, los Procesos Asistidos por Microondas son tecnologías patentadas. Actualmente hay nueve patentes estado-unidenses diferentes que han sido emitidas y ciertos derechos a la tecnología han sido licenciados a nueve compañías distintas. Estas compañías canadienses e internacionales comercializan aplicaciones analíticas e industriales específicas del MAP en diferentes mercados. La siguiente es una breve descripción de las licencias del MAP y sus campos de actividad.

### Concesionarios a gran escala

Pronatex es una compañía canadiense que tiene derechos en el procesamiento de productos natu-

rales, sólo para Canadá. Desde Ottawa, SAIC Canadá comercia con trabajo de remedio y descontaminación ambiental a nivel mundial y tiene derechos en su campo ambiental. Sairem, una compañía francesa que fabrica equipo de microondas, ofrece apoyo para aplicaciones industriales a gran escala y hechas a medida. CanAmera Foods, que tiene establecimientos a través de Canadá y es el productor más grande del mundo de aceite de canola, tiene derechos en la tecnología de MAP para la extracción de aceite comestible de canola, linaza y colza. Otra compañía canadiense, BC Research Inc. de Vancouver, ofrece establecimientos pilotos para el desarrollo de productos y aplicaciones industriales a gran escala en el mundo entero.

### Concesionarios a escala analítica

La empresa Hewlett-Packard, con base en los Estados Unidos, tiene derechos mundiales sobre el MAP para aplicaciones químicas analíticas. CEM Corporation, el líder mundial en equipo analítico de microondas, tiene derechos mundiales para aplicaciones químicas analíticas de la fase líquida. Prolado de Francia, tiene derechos mundiales para aplicaciones químicas analíticas de la fase líquida. La firma japonesa, Shimadzu, tiene derechos mundiales para aplicaciones químicas analíticas de la fase de gas.

### Equipo MAP

La División MAP de Environment Canada tiene una amplia gama de equipo que se utiliza para la preparación analítica de muestras y la optimización de parámetros de procesos industriales. Entre algunos de los tipos de equipo disponibles se encuentran los siguientes :

- Unidades de extracción de recipiente cerrado para laboratorio
- Unidades de extracción de recipiente abierto para laboratorio (sistemas de lotes y flujo continuo)
- Sistema de taladro de flujo continuo a escala de banca
- Sistema de tubo espiral de flujo continuo a escala piloto
- Unidad para la operación con gases o gases licuados

- Cavidades de densidad de gran energía para cálculos de requisitos precisos de energía industrial
- Aparato para la medida de constantes dieléctricas- un equipo capaz de determinar propiedades dieléctricas con base en tiempo real

Con el fin de dar al lector una mejor idea de la tecnología a mayores escalas, la siguiente sección presentará breves descripciones de las Unidades del MAP a Escala de Banca y de Planta Piloto.

La Unidad del MAP a Escala de banca (Fig. 1) fue diseñada conjuntamente por Environment Canada y Sairem. Esta unidad tiene una capacidad de procesamiento de 10 a 100 kg/hora de material. La Unidad tiene un generador de 2 kW y opera a una frecuencia de 2.450 MHz. La matriz a ser extraída es alimentada a través de un alimentador de sólidos de tornillo excéntrico y se bombea solvente al sistema para permitir una mezcla de material y solvente para producir una pasta aguada. Luego esta pasta aguada es empujada a través de la cavidad de extracción, donde un taladro de acero inoxidable está situado dentro de una bomba cilíndrica de cuarzo/Teflón™. El material es irradiado a medida que pasa a través de la cavidad y es recogido al final del sistema.

La unidad del MAP de planta piloto (Fig. 2) ofrece una capacidad de procesamiento de hasta 0,5

toneladas de material por hora. El material es alimentado dentro del sistema en una pasta aguada (la relación usual de material a solvente variará, dependiendo del volumen de densidad de la matriz a ser extraída). El sistema está equipado con un generador de 6 kW y opera a la frecuencia normal de 2450 MHz. La parte interior de la cavidad está equipada con una configuración de tubería espiral de Teflón.

## LA PALMA DE ACEITE EN COLOMBIA, ENTORNO SOCIAL Y ECONÓMICO

La palma de aceite en Colombia se encuentra sembrada en regiones apartadas de los centros urbanos y en la mayoría de los casos está localizada en zonas de conflicto. En estas zonas, los cultivos de palma de aceite han sido la principal fuente de ingresos de los habitantes de estas regiones y, en muchos casos, han reemplazado al Estado en la ejecución de infraestructura, salud y educación. El área sembrada con palma de aceite en Colombia es de aproximadamente 150.000 hectáreas con un rendimiento de 17 toneladas de fruto por hectárea y 3,67 toneladas de aceite de palma crudo por hectárea.

En 1999, la producción de aceite de palma crudo alcanzó la cifra récord de 499.635 toneladas que frente a las 424.198 toneladas observadas en 1998 representa un incremento del 18%.

(Fedepalma 2000). Es así como Colombia ocupa el cuarto lugar como productor mundial de aceite de palma, con 2,5% de la producción mundial, después de Malasia (51%), Indonesia (29%) y Nigeria (4,7%). A nivel latinoamericano, Colombia continua siendo el primer país productor, seguido por Ecuador, Costa Rica y Honduras, además de otros (Fedepalma 2000).

## EL MAP Y LA EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PALMA

Estos trabajos se desarrollaron en conjunto entre La División de Procesos Asistidos por Microondas, (Microwave-

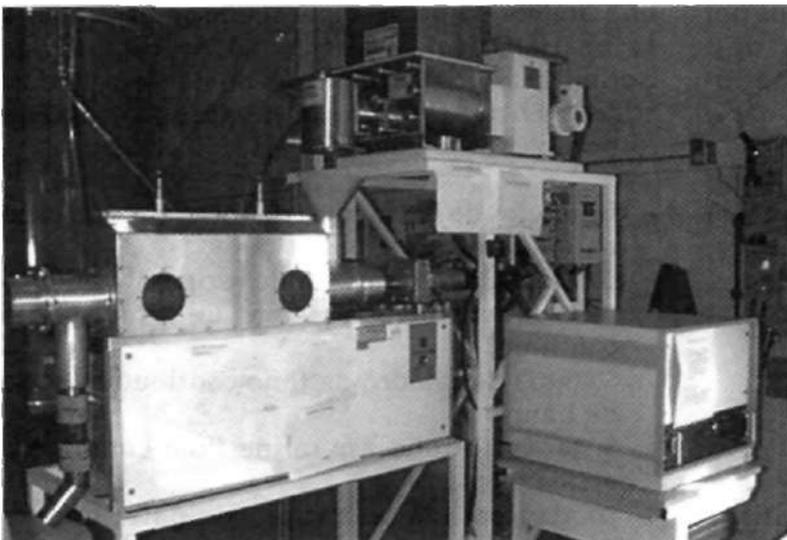


Figura 1. Unidad de MAP a escala de banca

Assisted Process, MAP) del Environmental Technology Centre (ETC) de Canadá y Cenipalma, financiados por el MCA, (Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura), mediante el programa de Becas en Ciencias de la Agricultura e Investigación en Agricultura.

## METODOLOGÍA

Los trabajos se realizaron durante los meses de abril, mayo y junio de 2000 usando los laboratorios de la División de los Procesos Asistidos por Microondas, en el Centro de Tecnología Ambiental, instituto dependiente del Ministerio del Ambiente en Ottawa, Canadá.

El objetivo principal fue el de estudiar la posibilidad del uso de los Procesos Asistidos por Microondas (MAP), para las pruebas de control

en los laboratorios de las plantas extractoras de aceite de palma. Este primer paso es el inicio de los trabajos en los que se quiere evaluar esta tecnología en diferentes puntos del proceso de extracción de aceite de palma.

El principal equipo utilizado en el laboratorio fue el SOXWAVE 3.6 (Fig. 3).

La metodología empleada se dividió en dos partes. En la primera, se desarrolló un plan de trabajo para evaluar la determinación de aceite en fibra, usando la tecnología MAP comparada con el método tradicional de Soxhlet, y en la segunda, con los datos del plan de trabajo se optimizó el mejor tratamiento para la determinación de aceite en fibra.

Los trabajos se iniciaron con las muestras de fibra y se hicieron determinaciones preliminares mediante las cuales se tomaron correctivos en la



Figura 2 Unidad de MAP de planta piloto

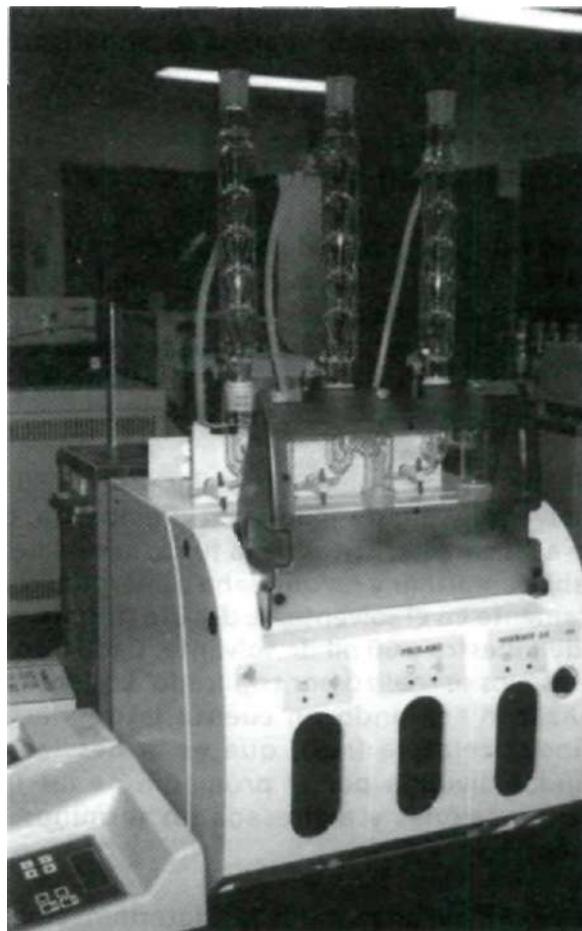


Figura 3. Equipo de SOXWAVE 3.6.

metodología con el fin de disminuir el error experimental y, por tanto, la desviación estándar relativa (rsd). Se determinó la humedad de la muestra y la muestra de fibra se dividió en dos partes: Polvillo y fibrilla.

Para cada determinación se tomaron tres repeticiones, en cada una de éstas la fibrilla y el polvillo se agregaron de manera proporcional a su peso en la muestra seca.

A la muestra de fibra se le sacaron los pequeños pedazos de almendra y cuezco con el fin de no incluir el aceite de almendra en la determinación.

El procedimiento empleado para la cuantificación del aceite en fibra usando microondas se presenta en el Anexo 1 de la metodología estandarizada (García 2000) que se obtuvo como parte final de este trabajo; sin embargo, durante el desarrollo de la actividad se emplearon diferentes tipos de solventes, modificadores y procedimientos que se fueron mejorando como parte de las actividades para la estandarización de la metodología.

### **Plan de trabajo para la determinación de aceite en fibra**

Con el fin de evaluar el comportamiento de la fibra a la acción de las microondas en presencia de diferentes tipos de solventes y con diferentes adiciones de modificadores para ser comparados con el método Soxhlet, se realizaron las determinaciones indicadas en la Tabla 1.

Inicialmente se empezó a trabajar usando 30 ml de solvente y 5 g de muestra; sin embargo, debido a las características de la fibra, la cual no se dejaba comprimir y no quedaba sumergida completamente en el solvente, se decidió trabajar con 4 g de muestra y 60 ml de solvente. Cada uno de los ensayos se realizó por triplicado. Los datos se analizaron teniendo en cuenta la desviación estándar relativa (rsd), que es la desviación estándar dividida por el promedio de las tres determinaciones y expresada en términos de porcentaje.

Una vez finalizadas todas las determinaciones, se hicieron algunas repeticiones con el fin de

evaluar el comportamiento de la muestra de fibra con el tiempo. Para esta parte de la metodología se trabajó con la primera muestra de fibra que fue enviada desde Colombia.

Con los datos del protocolo desarrollado en el ítem anterior se hicieron repeticiones trabajando con la segunda muestra de fibra enviada desde Colombia.

## **RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **Plan de trabajo para la determinación de aceite en fibra**

El plan de trabajo propuesto se desarrolló cabalmente y los resultados se muestran en la Tabla 2. Al analizar los resultados, de manera general se nota una tendencia en todos los tratamientos que cuando se usa mayor potencia se obtienen mayores cantidades de aceite.

En la Tabla 2 se puede ver, en general, que los últimos resultados tienen mayores valores de aceite que los primeros. Por lo tanto, esto puede ser debido a que la manipulación de la muestra haya ocasionado que ésta sea más fina y por lo tanto tiene más superficie específica para ser atacada por las microondas o por los solventes durante la prueba por Soxhlet.

Para confirmar lo anterior se procedió a repetir algunas de las primeras determinaciones, las cuales se muestran sombreadas en la Tabla 2. Así, el resultado de Soxhlet realizado el 24 de mayo dio 6,79% de aceite, valor mucho más alto al compararlo con el promedio de 5,55% realizado el 5 de mayo. Así mismo, para la primera condición de MAP (250 W, 30 s, 7500 J, usando Hexano) realizada en junio 2, se obtuvo un valor de 5,98% de aceite comparada con 4,29% obtenida en mayo 10. De esta forma se confirmó que la muestra a medida que transcurría el tiempo y era sometida a manipulación se le podía obtener mayor cantidad de aceite.

Con el fin de comparar algunos de los mejores tratamientos con los valores obtenidos en Soxhlet, se decidió repetir el tratamiento que empleaba 125 W de potencia y 60 segundos de

Tabla 1. Ensayos realizados con la fibra para la determinación del contenido de aceite

Código	Proceso	Potencia (Wattios)	Tiempo (segundo)	Energía (Julios)	Volumen Solvente (ml)	Tipo de Solvente	Modificador (ml)
S1	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	70	Hexano	0
S2	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	70	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	0
S3	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	70	Éter de Petróleo	0
S4	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	70	Etanol	0
1	MAP	250	30	7500	60	Hexano	0
2	MAP	250	60	15000	60	Hexano	0
3	MAP	125	60	7500	60	Hexano	0
4	MAP	125	120	15000	60	Hexano	0
5	MAP	250	30	7500	60	Hexano	1 (H <sub>2</sub> O)
6	MAP	250	60	15000	60	Hexano	1 (H <sub>2</sub> O)
7	MAP	125	60	7500	60	Hexano	1 (H <sub>2</sub> O)
8	MAP	125	120	15000	60	Hexano	1 (H <sub>2</sub> O)
9	MAP	250	30	7500	60	Hexano	2 (H <sub>2</sub> O)
10	MAP	250	60	15000	60	Hexano	2 (H <sub>2</sub> O)
11	MAP	125	60	7500	60	Hexano	2 (H <sub>2</sub> O)
12	MAP	125	120	15000	60	Hexano	2 (H <sub>2</sub> O)
13	MAP	250	30	7500	60	Hexano	1 (EtOH)
14	MAP	250	60	15000	60	Hexano	1 (EtOH)
15	MAP	125	60	7500	60	Hexano	1 (EtOH)
16	MAP	125	120	15000	60	Hexano	1 (EtOH)
17	MAP	250	30	7500	60	Hexano	2 (EtOH)
18	MAP	250	60	15000	60	Hexano	2 (EtOH)
19	MAP	125	60	7500	60	Hexano	2 (EtOH)
20	MAP	125	120	15000	60	Hexano	2 (EtOH)
21	MAP	250	30	7500	60	Etanol	0
22	MAP	250	60	15000	60	Etanol	0
23	MAP	125	60	7500	60	Ethanol	0
24	MAP	125	120	15000	60	Ethanol	0
25	MAP	250	30	7500	60	Ethanol	1 (H <sub>2</sub> O)
26	MAP	250	60	15000	60	Ethanol	1 (H <sub>2</sub> O)
27	MAP	125	60	7500	60	Ethanol	1 (H <sub>2</sub> O)
28	MAP	125	120	15000	60	Ethanol	1 (H <sub>2</sub> O)
29	MAP	250	30	7500	60	Ethanol	2 (H <sub>2</sub> O)
30	MAP	250	60	15000	60	Ethanol	2 (H <sub>2</sub> O)
31	MAP	125	60	7500	60	Ethanol	2 (H <sub>2</sub> O)
32	MAP	125	120	15000	60	Ethanol	2 (H <sub>2</sub> O)

tiempo de exposición adicionando 2 ml de etanol. El resultado de junio 2 fue 5,91%, muy cercano al valor de 6,16% obtenido en mayo 2. Como puede verse, este valor de 5,91 % es muy similar al obtenido con la primera condición de determinación por microondas en su segunda repetición de junio 2 con un valor de 5,98%. De esta manera se concluye que las diferencias que se estaban notando entre los tratamientos con hexano sin ninguna adición comparada con los que se les adicionaba etanol, fueron simplemente debidas a la manipulación de la muestra.

Un punto que llama poderosamente la atención es que en las determinaciones en las cuales se usa etanol como solvente para el MAP, se obtienen, en general, valores más altos que los de referencia usando Soxhlet. Así mismo, la prueba con Soxhlet usando etanol dio también mucho más alta que con hexano. Se notó en el transcurso de las determinaciones que el color final del aceite solo y dentro del solvente era más oscuro cuando se usa etanol que cuando se usa hexano. Así mismo, la secada del aceite final y la determinación del peso final del balón se

Tabla 2. Evaluación de diferentes condiciones para la determinación de aceite en fibra de palma usando la tecnología MAP, comparando con el método Soxhlet.

Experimento	Experimento			Condiciones				Fecha Día- mes	Resultados*		
	Potencia (W)	Tiempo (s)	Energía (J)	Masa (g)	Vol. Solv. (ml)	Aditivo (ml)	Tipo de solvente		Aceite (%)	SD (%)	RSD (%)
Soxhlet	n/a	n/a	n/a	4	70	0	Hexano	5-May	5,55	0,25	4,47
	n/a	n/a	n/a	4	70	0	Hexano	24-May	6,79	0,29	4,23
	n/a	n/a	n/a	4	70	0	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	27-May	7,06	0,25	3,57
	n/a	n/a	n/a	4	70	0	Pet. Ether	1-Jun	6,44	0,14	2,12
	n/a	n/a	n/a	4	70	0	Etanol	25-May	12,61	0,22	1,74
MAP	250	30	7.500	4	60	0	Hexano	10-May	4,29	0,41	9,49
	250	30	7.500	4	60	0	Hexano	2-Jun	5,98	0,23	3,89
	250	60	15.000	4	60	0	Hexano	10-May	5,09	0,09	1,73
	125	60	75.00	4	60	0	Hexano	9-May	4,82	0,11	2,33
	125	120	15.000	4	60	0	Hexano	9-May	4,96	0,20	3,98
	250	30	7.500	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	11-May	5,13	0,31	6,00
	250	60	15.000	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	11-May	5,88	0,43	7,30
	125	60	7.500	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	11-May	4,91	0,43	8,67
	125	120	15.000	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	12-May	5,89	0,32	5,40
	250	30	7.500	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	17-May	5,92	0,10	1,74
	250	60	15.000	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	12-May	5,56	0,30	5,45
	125	60	7.500	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	17-May	5,76	0,73	12,68
	125	120	15.000	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	17-May	5,66	0,42	7,41
	250	30	7.500	4	60	1 (EtOH)	Hexano	17-May	5,09	0,30	5,82
	250	60	15.000	4	60	1 (EtOH)	Hexano	18-May	5,60	0,79	14,07
	125	60	7.500	4	60	1 (EtOH)	Hexano	18-May	5,31	0,31	5,89
	125	120	15.000	4	60	1 (EtOH)	Hexano	19-May	6,13	0,11	1,75
	250	30	7.500	4	60	2 (EtOH)	Hexano	19-May	5,85	0,37	6,25
	250	60	15.000	4	60	2 (EtOH)	Hexano	19-May	6,18	0,31	5,02
	125	60	7.500	4	60	2 (EtOH)	Hexano	22-May	6,16	0,13	2,04
	125	60	7.500	4	60	2 (EtOH)	Hexano	2-Jun	5,91	0,24	3,99
	125	120	15.000	4	60	2 (EtOH)	Hexano	23-May	5,75	0,02	0,35
	250	30	7.500	4	60	0	Etanol	23-May	7,46	0,97	13,05
	250	60	15.000	4	60	0	Etanol	23-May	7,52	1,07	14,28
	125	60	7.500	4	60	0	Etanol	24-May	6,09	0,81	13,23
	125	120	15.000	4	60	0	Etanol	24-May	8,82	0,56	6,33
	250	30	7.500	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	24-May	7,31	0,03	0,34
	250	60	15.000	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	25-May	8,72	0,87	10,00
125	60	7.500	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	29-May	7,72	0,63	8,12	
125	120	15.000	4	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	29-May	10,14	0,91	8,94	
250	30	7.500	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	30-May	8,21	0,70	8,56	
250	60	15.000	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	30-May	9,54	0,57	5,93	
125	60	7.500	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	31-May	8,19	0,69	8,38	
125	120	15.000	4	60	2 (H <sub>2</sub> O)	Etanol	31-May	10,38	0,80	7,69	

Nota: Datos sombreados son repeticiones en fechas diferentes \*SD = Desviación estándar, RSD = Desviación estándar relativa

Se dificultaba por la presencia de una gota de menor viscosidad del aceite que permanecía, en general, en estado líquido y que se podía diferenciar del aceite. Para tratar de mejorar el secado, se usó para algunas muestras nitrógeno gaseoso; sin embargo, la disminución en el peso fue prácticamente nula y la gota se podía seguir distinguiendo en medio del aceite.

Las anotaciones anteriores son bien interesantes pues con seguridad, con las condiciones de extracción empleadas, se está extrayendo otro compuesto además del aceite, lo cual podría ser un aspecto para conocer en futuros trabajos de investigación.

La humedad que se introduce con 1 ml de agua (1g) es del 25%, con 2 ml del 50%. El problema

con esta adición de agua es que no es homogénea y puede causar calentamientos localizados en algunas parte de la matriz, lo cual dificulta una extracción homogénea del aceite.

Al observar el fondo de las copas de papel filtro en las repeticiones que se hicieron de los datos originales (datos resaltados en la Tabla 2), se nota que en los tratamientos donde se obtiene más aceite, que es cuando se adiciona agua o etanol, también se encuentra mayor cantidad de aceite en el fondo de la copa de papel filtro. Esto puede ser ocasionado a que con estos "aditivos" generalmente, hay ebullición y por tanto más aceite u otros compuestos presentes en la mezcla. Posteriormente, el agua impregna el papel y hace que en la filtración se queden sitios que atrapan el aceite, por lo tanto, a pesar de que en el resultado final se obtiene más aceite, también se pierde más. El término "más aceite" podría estar incluyendo otros compuestos obtenidos además del aceite propiamente dicho.

En resumen, en esta primera parte se escogió para evaluar el tratamiento que emplea 125 W de potencia, con un tiempo de 120 s, para una energía de 15.000 J, usando como solvente hexano y agregando 2 ml de etanol como modificador.

### **Comprobación del mejor tratamiento para la extracción de aceite en fibra**

Con la segunda muestra de fibra que llegó desde Colombia se hicieron varios análisis con el fin de determinar si el mejor tratamiento de MAP encontrado con la primera muestra presentaba el mismo comportamiento. Así mismo se hicieron algunas pruebas complementarias para evaluar el efecto de la humedad en la determinación del aceite. Los resultados se presentan en la Tabla 3, la cual incluye seis grupos de datos, y cada grupo discute por separado.

En el primer grupo se muestran los últimos datos comparables realizados con la primera muestra. La cantidad de aceite para el análisis usando la metodología de Soxhlet fue, en promedio, de 6,79%, con una desviación estándar relativa (rsd) de 4,23%. Usando la determinación con MAP, 125 W de potencia (50% de potencia en el equipo) y

120 segundos, para una energía total de 15.000 J, se obtuvo un valor de 6,56% con una rsd de 3,65%. En ambas determinaciones se usaron aproximadamente 4 g de muestra, los cuales estaban divididos en 51% de polvillo y 49% fibrilla. Las dos determinaciones se hicieron en diferentes días, haciendo pesadas diferentes para cada una de las determinaciones con la misma muestra. Las condiciones específicas de cada determinación se presentan en la Tabla 3.

En el segundo bloque de datos se usó la segunda muestra de fibra enviada desde Colombia. Para las determinaciones, comparando Soxhlet con MAP, se realizó una misma pesada. El promedio, tanto para Soxhlet como para MAP, fue de 4,65% de aceite con una rsd de 2,32 y 5,53%, respectivamente. Con esta nueva muestra, la proporción de polvillo fue de aproximadamente 42% y de fibrilla de 58%, es decir, se invirtieron las condiciones usadas en con la primera muestra de fibra.

En el tercer bloque de datos se tiene una determinación con Soxhlet y otra con MAP, pero en este caso no se uso como modificador 2 ml de etanol sino 1 ml de agua. Los promedios registrados para aceite son, respectivamente 4,86 y 4,72%, con rsd de 3,23 y 3,93%. La prueba del MAP la realizó Irama Álvarez, (estudiante de Postgrado de la Universidad Central de Venezuela que trabaja en la División de los Procesos Asistidos por Microondas) con el fin de empezar a evaluar la reproducibilidad del método. La preparación de la muestra se hizo de manera diferente para cada uno de los trabajos. Estos datos se incluyen en el presente informe, pues se tendrán en cuenta en las recomendaciones finales, ya que son similares a los presentados en el primer bloque. La dificultad en la extracción de la muestra cuando se agrega agua se continuó presentado de igual manera a la reportada con los datos de la primera muestra de fibra.

El cuarto bloque de datos es realmente un solo grupo de determinaciones. En este caso se uso la muestra húmeda que se recibió de Colombia. El promedio de la humedad fue de 5,8%, el cual se había realizado anteriormente en dos grupos de determinaciones con tres repeticiones cada una, 5,76% de humedad en junio 8 y 5,84% de

Tabla 3. Resultados para la confirmación de la metodología de extracción de aceite usando la tecnología MAP comparada con el método de Soxhlet.

Bloque	Método	Condiciones							Fecha	Resultados*		Composición muestra		
		Potencia (W)	Tiempo (s)	Energía (J)	Masa (g)	Volumen solvente (ml)	Modificador (ml)	Tipo de Solvente		Aceite (%)	SD (%)	RSD (%)	polvillo (%)	Fibrilla (%)
1	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	4	70	0	Hexano	24-May	6,79	0,29	4,23	51,1	48,9
	MAP	125	120	15.000	4	60	2 (EtOH)	Hexano	10-Jun	6,56	0,24	3,65	50,8	49,2
En esta comparación se trabajó con la primera muestra. De aquí en adelante se trabajó con la segunda muestra.														
2	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	5	70	0	Hexano	13-Jun	4,65	0,11	2,32	41,5	58,5
	MAP	125	120	15.000	5	60	2 (EtOH)	Hexano	13-Jun	4,65	0,26	5,53	41,9	58,1
Las muestras se tomaron de la misma pesada.														
3	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	5	70	0	Hexano	16-Jun	4,86	0,16	3,23	41,5	58,5
	MAP IRAMA	125	120	15.000	5	60	1 (H <sub>2</sub> O)	Hexano	15-Jun	4,72	0,19	3,93	41,0	59,0
Las muestras se tomaron de diferente pesada.														
4	MAP W húmeda H = 5.8%	125	120	15.000	5	60		Hexano	22-Jun	4,87	0,29	5,92	41,6	58,4
	W seca (teórico)	125	120	15.000	5	60		Hexano	22-Jun	5,16	0,31	5,92	41,6	58,4
Las muestras se tomaron de la fibra húmeda.														
5	Soxhlet	n/a	n/a	n/a	5	70	0	Hexano	23-Jun	5,10	0,08	1,58	41,7	58,3
	MAP	125	120	15.000	5	60	2 (EtOH)	Hexano	22-Jun	5,00	0,16	3,24	41,8	58,2
	MAP	125	240	30.000	5	60	2 (EtOH)	Hexano	22-Jun	5,13	0,09	1,71	42,0	58,0
Las muestras se tomaron de la misma pesada escogiendo repeticiones aleatoriamente.														
6	MAP - Mike Goldthorp	125	120	15.000	5	60	2 (EtOH)	Hexano	28-Jun	5,00	0,29	5,80	42,2	57,8

\*SD = Derivación estándar; RSD= Desviación estándar relativa.

humedad para la determinación de junio 12. El dato de aceite referenciado a la muestra con la humedad de 5,8% fue de 4,87%, el cual se transforma en 5,16%, referenciándolo a la base seca con la cual se ha venido trabajando en todas las anteriores determinaciones. En estas condiciones de determinación, con muestra húmeda de una manera homogénea, no se tienen los problemas reportados en el bloque 3 cuando se adiciona agua intencionalmente. La diferencia radica en que el agua adicionada no se puede distribuir homogéneamente en toda la muestra, mientras que si la muestra tiene una humedad natural, el calentamiento va a ser mas uniforme en toda la matriz.

Para el quinto bloque de datos se realizó una pesada, en general, de todas las muestras. Posteriormente se tomaron al azar las tres repeticiones en cada uno de los tratamientos. Esto se realizó con el fin de no incluir el error de la escogencia de la muestra en las determinaciones. En este bloque, el valor del aceite en el Soxhlet fue, promedio, de 5,10% (rsd = 1,58%). El valor de la cantidad de aceite usando MAP a las condiciones referenciadas en el bloque 1 fue de 5,00% (rsd = 3,24%). En el último grupo de datos de este bloque se realizó una modificación al tratamiento del MAP anterior, pues se emplearon 240 segundos (4 minutos) en lugar de 120 segundos que se habían venido

usando. El valor obtenido con estas condiciones fue de 5,13% con una rsd de 1,71%. Con estos tres datos, prácticamente iguales, en este bloque de resultados, se puede concluir que usando MAP y el Soxhlet los valores son prácticamente los mismos. Esto reafirma lo encontrado en el bloque 2 al comparar las condiciones del MAP y del Soxhlet. El aumento en el tiempo de exposición a la microondas, realizado en el bloque 5, no presenta una mayor cantidad de aceite de manera significativa. Es de resaltar que tanto en el bloque 2 como en el 5 los muestras empleadas para la determinación corresponden a un mismo grupo de muestras pesadas. Al comparar los tres datos del promedio de aceite obtenidos en este bloque (aproximadamente 5,08%) con la muestra húmeda expresada en base seca (5,16%) se podría pensar que se puede obtener un valor similar al que se usa empleando MAP, al cual es necesario adicionar 2 ml de etanol como modificador. En este caso, el agua haría ese papel. Sin embargo, es necesario hacer algunas pruebas en este sentido con el fin de corroborar lo anteriormente dicho.

En el bloque 6 se presenta un solo grupo de datos realizado por Mike Goldthorp, un empleado de la División de los Procesos Asistidos por Microondas sin experiencia en el manejo de este tipo de trabajo, con lo cual se pudo comprobar la reproducibilidad del método. El resultado que se obtuvo fue, en promedio, de 5,00% de aceite con una rsd de 5,80%, el cual es igual a los valores reportados en el bloque 5 de 5,10, 5,00 y 5,13%. La buena reproducibilidad obtenida por una persona sin experiencia es una indicación de que el método es fácil de manejar y no necesita formación larga y costosa.

## CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- Se pudo determinar un método de análisis de laboratorio para la determinación de aceite en fibra de palma de aceite usando la tecnología MAP. En principio, con este método

se tiene un ahorro de 4 horas empleadas en la determinación del aceite usando el método convencional de Soxhlet.

- Es necesario hacer más pruebas en Colombia para confirmar la reproducibilidad del método. Sería preferible usar equipos comerciales de laboratorio (Prolabo o CEM). También podría ser interesante usar hornos de microondas domésticos con el fin de tratar de reproducir los resultados obtenidos en el laboratorio en Canadá y así medir la facilidad o la dificultad de controlar la energía suficiente para cumplir los objetivos al nivel de los experimentos de laboratorio.
- Se podría evaluar la posibilidad de aplicar la tecnología de microondas para el control de proceso en la determinación de aceite en fibra usando muestras húmedas, de tal forma que se pueda ahorrar el tiempo de secado y el uso del etanol como modificador.
- Es necesario efectuar pruebas para la extracción de aceite de almendra usando la tecnología MAP y hacer la respectiva evaluación económica para ver la rentabilidad de la aplicación de esta tecnología al nivel industrial.
- Por la revisión bibliográfica, se podrían emprender experimentos para efectuar calentamientos de las emulsiones de aceite-agua-sólido con el fin de facilitar la extracción del aceite en la fase de clarificación en las plantas de beneficio del fruto de palma.
- Se podría explorar la posibilidad de tener en una planta de beneficio un generador de microondas que pueda ser empleado para varios propósitos a la vez, tales como, calentamiento, demulsificación, secado de almendra y extracción de aceite de almendra.
- Es necesario hacer más investigación de laboratorio para el aprovechamiento de esta tecnología tanto en las plantas de beneficio como en futuros trabajos con oleoquímica.

## BIBLIOGRAFÍA

FEDEPALMA. 2000. Informe final de labores 1999. Fedepalma, Bogotá, D.C.

GARCIA NÚÑEZ, J. A. 2000. Uso de la tecnología de microondas en el proceso de extracción de aceite de palma. Informe final de la pasantía en Canada. Cenipalma, Bogotá, D.C. Paré, J. R. J.; Sigouin, M.; Lapointe, J. 1991. U.S. Patent 5.002.784. (various international counterparts).

LI, K.; BÉLANGER, J. M. R.; LOMPART, M.; TURPIN, R. D.; SINGHVI, R.; PARÉ, J. R. J. 1996. An evaluation of rapid solid samples extraction using the microwave-assisted extraction process (MAP™) under closed-vessel conditions. *Spectroscopy (Estados Unidos)* v. 13, p.1-13.

LLOMPART, M. R.; LORENZO, R. A.; CELA, R.; LI, K.; BÉLANGER, J. M. R.; PARÉ, J. R. J. 1997. An Evaluation of Supercritical Fluid Extraction, Microwave-Assisted Extraction and Sonication in the Determination of some Phenolic Compounds from Various Soil Matrices, *Journal Chromatography (Holanda)* A 774, p.243-251.

PARÉ, J. R. J. 1994. U.S. Patent 5.338.557. (various international counterparts).

PARÉ, J. R. J. 1995a. U.S. Patent 5.337.426. (various international counterparts).

PARÉ, J. R. J. 1995b. U.S. Patent 5.458.897. (various international counterparts).

PARÉ, J. R. J. 1996. U.S. Patent 5.519.947. (various international counterparts).

PARÉ, J. R. J. 1997. U.S. Patents 5.675.909.

PARÉ, J. R. J. 1998. U.S. Patents 5,732,476.

PARÉ, J. R. J.; BÉLANGER, J. M. R.; STAFFORD, S. S. 1994. Microwave-Assisted Process (MAP™): A new tool for the analytical laboratory. *Trends in Analytical Chemistry (Estados Unidos)* v.13 no.4 p.176-184.

PARÉ, J. R. J.; BÉLANGER, J. M. R.; THORNTON, D. E.; LI, K.; LLOMPART, M.; FINGAS, M.; BLENKINSOPP, S. A. 1996. Gas-Phase Extraction Using the Microwave-Assisted Process (MAP™) for the Analysis of Dissolved Volatile Organic Compounds (VOCs) in Water, *Spectros. Int. Journal*, v.13 p.23-32.

PARÉ, J. R. J.; LI, K.; BÉLANGER, J. M. R.; LLOMPART, M. 1996. Gas-phase Extraction Method Using the Microwave-Assisted Process (MAP™) for the Determination of Aromatic Contaminants in Soil, *Spectros. Int. Journal* v.13 p.89-98.

PARÉ, J. R. J., MATNI, G.; YAYLAYAN, V.; BÉLANGER, J. M. R.; LI, K.; RULE, C.; THIBERT, B.; LIU, Z.; MATHÉ, D.; JACQUAULT, P. 1997a. Novel Approaches in the Use of the Microwave-Assisted Process (MAPÓ): Extraction of Fat from Meat, Dairy, and Egg Products Under Atmospheric Pressure Conditions, *Association of Official Analytical Chemist Journal (Estados Unidos)* v.80, p.928-933.

PARÉ, J. R. J.; BÉLANGER, J. M. R. 1997b. Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry Series. *In* J. R. J. Paré; J. M. R. Bélanger (Eds.). "*Instrumental Methods in Food Analysis*", v.18, Chapter 10, Elsevier, Amsterdam.

PARÉ, J. R. J.; BÉLANGER, J. M. R.; CHIU, C.; TURLE, R.; LESNIK, B.; TURPIN, R.; SINGHVI, R. 1998. Final Evaluation of Method 3546: A Microwave-Assisted Process (MAP™) Method for the Extraction of Contaminants Under Closed-Vessel Conditions. *In*: 14<sup>th</sup> Annual Waste Testing & Quality Assurance Symposium. Proceedings. p. 11-17.

### ANEXO 1.

#### PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE ACEITE EN FIBRA USANDO LA TECNOLOGÍA MAP

OBJETO : El objetivo de este análisis es determinar la cantidad de aceite que se pierde en las fibras que salen del prensado durante el procesamiento de los racimos de la palma de aceite en las plantas de beneficio.

##### 1. Generalidades

1.1 Conservar el recipiente en el que se depositan las muestras tomadas limpio, seco y bien tapado.

1.2 Es muy importante mantener la frecuencia de muestreo establecida para este análisis, ya que es vital en el control de proceso.

- 1.3 Identificar adecuadamente los balones y los elementos utilizados en los procesos de extracción, para evitar confusiones.
- 1.4 Al pesar en la balanza balones, copas de papel filtro y otros equipos, éstos deben encontrarse limpios, secos y a temperatura ambiente, ya que el pesar equipos calientes trae grandes errores en los cálculos.
- 1.5 Si se tiene más de una prensa se debe realizar este análisis para cada una de ellas.

## 2. Elementos, materiales y equipos

Equipo de microondas SOXWAVE 3,6 (Prolabo)  
Balanza analítica con exactitud al miligramo.  
Rotavapor  
Plancha de calentamiento  
Balones aforado de 250 ml de fondo redondo  
Erlenmeyer para vacío de 250 ml  
Vasos  
Pipeta volumétrica de 1.000 ml  
Copas de papel filtro No. 4 marca Whatman  
Soporte de las copas de papel filtro para hacer vacío  
Pinzas para balón aforado  
Manguera de látex  
Frasco lavador  
Soportes de corcho para los balones de fondo redondo

## 3. Reactivos

Solventes (hexano, etanol y acetona).

## 4. Descripción de la actividad

- 4.1 Separar de la muestra de fibra seca la cantidad correspondiente a polvillo y a fibrilla, de tal manera que la muestra que se pese para el análisis tenga la misma proporción de polvillo y fibrilla que la muestra original.
- 4.2 De la muestra de fibra cuartear y pesar aproximadamente 5 g de fibra seca en la balanza analítica. Estas fibras deben estar libres de almendras, almendras rotas, cáscaras y otros materiales, ya que afectan la precisión del análisis realizado. Registrar estos valores en el formato respectivo.
- 4.3 **Pesar** el balón aforado, previamente marcado y la copa de papel filtro, previamente marcada, con precisión al miligramo. Anotar estos resultados en el formato respectivo.
- 4.4 Transferir la muestra de fibra al tubo del equipo de microondas, teniendo la precaución de no perder muestra en este proceso. Cuando se está transfiriendo la muestra se pueden encontrar pedazos de almendras rotas y cáscaras, que deben ser extraídos para posteriormente, pesarlos y restar este peso al peso de la muestra total.
- 4.5 Marcar el erlenmeyer de vacío y conectarlo a la bomba. Instalar el soporte y la copa de papel filtro al erlenmeyer.
- 4.6 Agregar 2 ml de etanol sobre la muestra de fibra dentro del tubo utilizando una pipeta volumétrica, tratando que el líquido sea uniformemente repartido sin que quede en las paredes del tubo.
- 4.7 Programar el equipo Soxwave 3.6 para las siguientes condiciones:  
Tiempo: 120 s  
Potencia: 50%

- 4.8 Agregar 30 ml de hexano dentro de la muestra y agregar 30 ml de hexano al vaso en el cual se tenía la muestra para enjuagar el resto del polvillo que queda en el vaso. Posteriormente transferir este hexano dentro del tubo. Chequear que toda la muestra de fibra quede dentro del solvente en el tubo, antes de colocarlo en el equipo.
- 4.9 Introducir los tubos dentro del equipo Soxwave 3.6 y someterlos a la acción de las microondas según la programación establecida.
- 4.10 Transferir el primer tubo y vaciar el contenido en la copa de papel filtro. Enjuagar el tubo con 10 ml de hexano y encender la bomba de vacío en este momento.
- 4.11 Enjuagar nuevamente el tubo usando ahora acetona y vaciar este enjuague en la copa de papel filtro conectada al erlenmeyer. Enjuagar con el frasco lavador usando acetona encima de la muestra que está siendo filtrada.
- 4.12 Continuar la filtración durante 5 minutos. Este tiempo es adecuado para lavar el tubo.
- 4.13 Apagar la bomba de vacío y separar la manguera del erlenmeyer. Dejar que se acabe de filtrar por gravedad al menos 5 minutos más.
- 4.14 Separar la copa de papel filtro de su adaptador y enjuagar este último con un poco de acetona, usando el frasco lavador.
- 4.15 Separar el adaptador de la copa de papel filtro y vaciar el contenido del erlenmeyer en el balón respectivo. Enjuagar el fondo del erlenmeyer usando hexano, con el frasco lavador, y adicionar este volumen al balón citado anteriormente.
- 4.16 Conectar el balón con el solvente y el aceite al rotavapor, teniendo en cuenta que la temperatura del agua sea aproximadamente de 28 a 30 °C.
- 4.17 Una vez se haya evaporado todo el solvente, bajar el balón y ponerlo sobre la plancha de calentamiento a baja potencia hasta que todo el solvente haya sido evaporado. Este paso dura aproximadamente 5 minutos.
- 4.18 Dejar la muestra bajo la campana de extracción aproximadamente media hora. Transcurrido este tiempo, pesar el balón y registrar este valor en el formato respectivo.

## 5. Cálculos

Realizar los siguientes cálculos para determinar el porcentaje de aceite en base seca, %BS y el porcentaje de aceite en base seca no aceitosa (%BSNA):

$$\%BS = \frac{\text{peso aceite extraído} \times 100}{\text{peso muestra seca}}$$

$$\%BSNA = \frac{\text{peso aceite extraído} \times 100}{\text{peso muestra seca} - \text{peso aceite extraído}}$$

$$\text{muestra seca} = \text{peso cápsula con muestra seca} - \text{peso cápsula vacía}$$

$$\text{aceite extraído} = \text{peso balón con aceite} - \text{peso balón vacío}$$