

**UNIVERSIDAD AUTONOMA DE GUADALAJARA**  
**INCORPORADA A LA UNIVERSIDAD NACIONAL DE MEXICO**  
**FACULTAD DE CIENCIAS QUIMICAS**



# **HIDROGENACION DEL ACEITE DE LINAZA**

**TESIS**

**QUE PRESENTA**

**MATILDE GONZALEZ CASTAÑEDA**

**PARA OBTENER EL TITULO DE**

**QUIMICO FARMACEUTICO Y BIOLOGO**

**JUNIO DE 1945**



Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

**A mi madre que con su ejemplo y  
abnegación ha sido para mí  
la más grande inspiración.**

A la memoria de mi inolvidable padre  
el Sr.  
VICENTE GONZALEZ Y GONZALEZ.

y de mi amiga la Srita.  
Josefina Rivera Venegas.

**A mis maestros y Compañeros.**

**A mis hermanos.  
A mi tía la Sra. Prima Castañeda Vda.  
de Martínez.**

**A la Srita Profa. Clotilde Romero.**

**A mi amiga y compañera la Srita.  
Ruth Dalli Hollis.**

# Prólogo.

**E**N LOS ÚLTIMOS AÑOS se han realizado importantes progresos en la Química de las materias grasas, y nuevos procedimientos permiten profundizar cada vez más el estudio de los procesos industriales, con lo cual se han conseguido notables perfeccionamientos en la industria.

El aceite de linaza ha presentado hasta ahora dificultades en su hidrogenización, debido a que las gomas y resinas engloban el catalizador no dejándolo actuar. Esto hace que su hidrogenización sea difícil e incosteable.

Encauzada en este asunto por el Sr. Ing. Antonio Flores A., y gracias a la colaboración del señor Ingeniero José María Sainz Aldrete, quien puso a mi disposición el Laboratorio de Aceites, Grasas y Derivados, S. A., inicié un breve estudio sobre la precipitación de gomas y resinas del aceite de linaza.

Pretención fuera de mi parte hablar de una verdadera experiencia personal sobre este asunto, ya que mis conocimientos no son muy extensos. Sin embargo, no escatimé esfuerzo para presentar lo mejor posible este trabajo.

Hago constar mi agradecimiento al señor Ingeniero Alberto Lancaster Jones, Director de la Facultad de Ciencias Químicas, por su valiosa cooperación.

**MATILDE GONZALEZ CASTAÑEDA.**

## Generalidades de la Sustancia Grasa

**S** E D A E L N O M B R E de materias grasas a ciertos cuerpos de consistencia untuosa al tacto, viscosos, inflamables, fluidos o sólidos, más o menos coloreados.

Comercialmente, de los anteriores cuerpos, al que a la temperatura ordinaria es líquido, se le llama aceite; y grasa, manteca o sebo, al que es sólido.

Las sustancias grasas están sumamente extendidas en los reinos vegetal y animal, clasificándose según su procedencia en grasas animales y vegetales; se diferencian en que el alcohol polivalente contenido en los vegetales es la fitosterina, y la colesteroína en los de origen animal.

Por medio del microscopio se pueden observar las diferentes formas de cristalización de estos alcoholes cuya fórmula es  $C_{27}H_{46}O$ .

La colesteroína se presenta en forma de láminas; en cambio la fitosterina en agujas formando grupos compactos.

Atendiendo a la propiedad que tienen de absorber o no el oxígeno del aire, se dice que los aceites son secantes, no secantes y semisecantes.

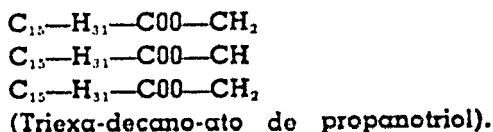
El aceite de linaza, objeto particular de mi estudio, se clasifica entre los llamados aceites secantes tipos; es decir, entre los que por exposición al aire a temperatura ordinaria se solidifican, dando lugar a materias elásticas, claras, amarillentas o parduzcas. La propiedad de ser secantes se debe a la existencia de glicéridos y ácidos no saturados, en calidad de componentes de su molécula. La linoleína, componente del aceite de linaza oxidada, constituye un producto sólido con mayor proporción de oxígeno, llamado linoxina.



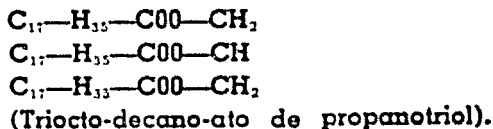
Las grasas, tanto líquidas como sólidas, son compuestos de la glicerina con los ácidos grasos.

Los ácidos palmítico (exodecanoico), esteárico (octodecanoico) y oleico (octodequenoico) se combinan con la glicerina, dando los triésteres llamados palmitina, estearina y trioleína.

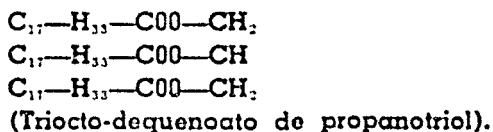
### 1o.) PALMITINA



### 2o.) ESTEARINA



### 3o.) OLEINA



Teóricamente pueden existir no solamente los triglicéridos, sino también los monoglicéridos y diglicéridos; pero en la práctica sólo se obtienen los triglicéridos de un ácido y los triglicéridos mixtos; el único diglicérido que existe, la drucina, se encuentra en los nabos.

Los aceites que contienen aceites de los ácidos oleico, palmítico y esteárico, tienen la propiedad de saponificarse en presencia de álcalis, resultando un total desdoblamiento en glicerina, y ácido en forma de las respectivas sales solubles que son los jabones. La glicerina es muy valiosa en el comercio.

En las sustancias grasas se encuentran también, aunque en muy pequeñas cantidades, alcoholes superiores, sobre todo de la serie cíclica. Otro tanto puede decirse de algunas fosfátidas, cuerpos coloreados de la serie acíclica, que pueden ser solubles e insolubles en vapor de agua, constituyendo esto los índices de Richest y Palenski.

La odorización de los aceites crece en razón directa de su ranciedad.

## ANÁLISIS DE LA SUSTANCIA GRASA

Los datos que se obtienen al hacer el análisis de un aceite, nos permiten saber la pureza y las propiedades del mismo.

Los análisis expuestos a continuación, son los únicos que me fueron necesarios:

**INDICE DE YODO:** El coeficiente de yodo es el índice identificador por excelencia de un aceite. Con él podemos determinar con seguridad si un aceite está puro o adulterado con otros.

El índice de yodo expresa los gramos de yodo que 100 gramos de aceite absorben, o sea, el tanto por ciento de yodo necesario para saturar un aceite.

El método que aplico es el de Hanus, por ser el recomendado para aquellos aceites que tienen, como el de linaza, un coeficiente de yodo elevado.

## REACTIVOS NECESARIOS:

1) Solución de monobromuro de yodo en ácido acético glacial.

(Por no encontrarse esta sal en el comercio, preparé la solución de la siguiente manera: disolví 13.2 grs. de yodo en 1000 de acético glacial, calenté hasta completa disolución, dejé enfriar y en una porción determiné el yodo, para agregar la cantidad de bromo equivalente).

10 de sol. de yodo necesitaron 16.3 de sol. O. IN de tiosulfato sódico F- 9047-14.75 cantidad exactamente gastada.

$14.75 \times 0.012692$  (equivalente O IN del yodo) 18 82.

La fórm. del monobromuro de yodo es BrI .1179 grs. de Br por cada 10 centímetros de sol. de yodo.

Valoración de la solución de Hanus. En un frasco completamente limpio y seco se ponen 30 centímetros de la solución de Hanus, se añade cloroformo, se tapa con un tapón de corcho y se agita durante 15 minutos; se titula con solución valorada de tiosulfato sódico. Cuando el líquido se vuelve claro, se pone como indicador un centímetro cúbico de sol. acuosa de almidón; se sigue la titulación hasta decoloración.

- 2) Solución de IK al 10%.
- 3) Solución O IN de tiosulfato sódico.

Se disuelven 25 grs. de tiosulfato sódico en un litro de agua; se valora ésta solución con una de dicromato potásico O IN previamente preparada.

- 4) Reactivo de almidón (Indicador.)

#### PRACTICA DE LA OPERACION

Se pesan 0.2 grs. de aceite; se disuelven en cloroformo; luego se añaden, desde una bureta, 25 c.c. de solución de Hanus; la mezcla se deja 15 minutos, manteniendo cerrado el frasco donde se opera. Luego se añaden 15 c.c. de la solución de IK y 50 c.c. de agua. El tiosulfato 0.1 se añade desde una bureta, hasta que el color rojizo de la mezcla casi haya desaparecido. Se le adiciona el reactivo de almidón, tomando la mezcla entonces un color violeta; se sigue añadiendo tiosulfato hasta decoloración. Sustituyendo en la siguiente fórmula por sus valores, se obtiene el índice de yodo.

INDICE DE YODO  $(I \times F) - S \div 0.0269 \times 100$

- I c.c. de solución Hanus.
- F Factor de la solución.
- S Tiosulfato.
- a Cantidad de aceite tomado.

El aceite de linaza tiene índice de yodo comprendido entre 169-196.

## INDICE DE OXIGENO

Por medio de este índice se determina la mayor o menor facilidad que los aceites presentan para oxidarse. Por lo que antes dije, se dividen en secantes, no secantes y semisecantes. El caso particular de que el índice de yodo concuerde con la desecación que el aceite experimenta en el aire, proviene de que la propiedad de adicionar halógeno tiene el mismo origen que la de adicionar oxígeno. El índice de oxígeno puede expresarse por medio del aumento de peso que experimenta una cantidad de aceite al estar expuesta al aire durante algún tiempo. El secado de los aceites está considerado como un proceso extraordinariamente complicado, que presenta una fase puramente química de oxidación, formándose una película de propiedades típicamente coloidales. Los aceites secantes se "desecan" en breve tiempo, de manera que a los 2 o 3 días de exposición al aire han absorbido una cantidad de oxígeno muy aproximada a la máxima.

La primera fase del proceso de desecación en los aceites constituidos por el ácido linoléico consiste en la adición de oxígeno en los dobles enlaces.

El procedimiento que seguí para sacar este índice fué el de pesar una porta-objetos, sobre el cual se extienden después lo más uniformemente posible unas gotas de aceite. Pesando de nuevo el porta-objetos más el aceite, sobre este dato se ve el aumento de peso en el transcurso de horas hasta que se obtenga el máximo aumento. Este dato se obtiene teóricamente, multiplicando el índice de yodo por 0.126. Debe tenerse cuidado de tomar el máximo aumento, al cabo del cual el peso disminuye debido al escape de sustancias volátiles.

Mantuve las plaquitas de vidrio fuera del contacto de rayos solares y a una temperatura de 20° C.

Fué aumentado el peso poco a poco en la proporción de 14 gramos de oxígeno.

## TIEMPO DE SECADO

Se toma una placa de vidrio de 9 x 12 cms. muy limpia, se dejan caer dos gotas (unos 75 miligramos) del aceite que se ensa-

ya, se extienden sobre la superficie de la placa formando una capa uniforme, y se deja la placa en posición inclinada al abrigo de los rayos solares a unos 20° C.

Se examina cada 8 horas. El punto de secado se observa de la siguiente manera: poniendo la placa en posición horizontal, se le pone encima un papel recortado de 2 x 2 cms. un poco encolado en su parte superior, y se coloca sobre el mismo un cubito de madera, también de 2 x 2 por 1 de alto, de unos 2 gramos de peso; sobre el cubito se pone un peso de 20 gramos, al mismo tiempo que se pone en marcha un cronómetro. A los dos minutos se levanta el cubito con el peso y el papel, se separa o queda adherido a la placa de vidrio impregnada de aceite.

El examen debe hacerse poniendo en un lugar cada vez diferente de la placa el cubo; se conviene en que la desecación ha terminado cuando el papel sigue al cubo al levantarlo, sin que esté manchado de aceite y sin que en la superficie de la placa impregnada se note variación. A partir de este momento, si tocamos con el dedo la placa, no se presenta grasienta al tacto y es opaca. El resultado se indica en horas. (Recuérdese que la temperatura y humedad influyen en el secado; la primera favoreciéndolo y la segunda retardándolo).

#### OBSERVACIONES

- Al cabo de 16 horas.—El papel quedó sobre el aceite.  
" " " 40 " .—El papel se levantó con el cubo, dejando huella en el aceite.  
" " " 56 " .—El papel se levantó con el cubo, quedando manchado de aceite.  
" " " 96 " .—El papel se levantó con el cubo, dejando intacta la película.



QUÍMICA

## Resistencia de la Película Seca

En una placa de vidrio se extienden unas gotas de aceite y se dejan secar a la temperatura del ambiente. Para hacer las observaciones de resistencia se puede valer del siguiente medio:

Se suspende una aguja de fonógrafo a una varilla que, mediante algún soporte, se mantenga en sentido vertical a la superficie a probar; la aguja debe tocar la superficie del aceite; pero conforme se vaya secando el aceite, irá presentando resistencia a que la aguja penetre, llegando un momento en que la aguja se mantenga sobre el aceite. Para saber qué peso es necesario para que la aguja penetre, se vale de unas monedas de cobre de 2 centavos agujereadas, que se ponen en la varilla que lleva la aguja; las monedas pueden quedar retenidas por un tope que se adapta a la varilla.

El peso de las monedas necesarias dará la resistencia de la película seca.

### OBSERVACIONES

Al cabo de las 16 primeras horas la aguja penetra en el aceite. Después de 36 horas, penetra también, pero despacio; finalmente en 64 horas, la película, completamente seca, necesita del peso de una moneda (5.95 grs.).

## Planta de Lino

De las semillas de la planta del lino (*Linum Usitatissimum*, L.) se obtiene el aceite de linaza. La planta es conocida desde tiempos remotos: El Viejo Testamento hace alusiones de ella en distintos pasajes, entre ellos aquél: "Entonces quitóse de la mano su anillo de sellar y lo puso en la mano de José, y le vistió con vestiduras de lino fino".

Planta económica muy valiosa y bien conocida por su importancia industrial. Las semillas producen gran cantidad de aceite secante, empleado en la fabricación de barnices y pinturas. Sus tallos contienen fibras blancas, largas y hermosas que la hacen figurar como una de las más valiosas, a veces aun más que la misma seda, por ser insustituible en muchos casos y porque las telas que se fabrican con sus fibras no tienen segundo para ser usadas en las regiones cálidas.

El lino en México se designa como linaza, tanto la planta como la semilla; la planta es anual, de la familia de las liliáceas, orden de las dialipétalas, superováricas, clase de las dicotiledóneas; tienen sus flores cinco pétalos, cinco sépalos libres enteros, cinco estambres, caja de cinco celdas, algunas veces tres, subdivididas por un tabique más o menos completo, con otras dos celdas que encierran una semilla.

No obstante la gran cantidad de aplicaciones de esta planta en América, su cultivo no ha llegado a ocupar el sitio que le corresponde en México. Su cultivo se hace principalmente en la zona Yaqui, Son., San Antonio de los Arenales, Chihuahua; Arandas, Jal.; y en el Estado de Michoacán.

El porcentaje de aceite en la semilla varía según el clima, suelo donde se cultivan, etc. Generalmente en semillas nacionales se obtiene de un 28% a 35%.

**CLIMA.**—El más apropiado es el templado frío (sin que afecten las heladas la época de la floración). La cosecha obtenida en invierno es especialmente propia para obtener abundante y buena semilla, y la de verano para obtener excelente fibra.

**SUELO.**—Areno-arcilloso, rico en humus y permeable. No se cultiva en una misma tierra durante dos años seguidos, sino que debe establecerse una rotación conveniente, en la que tome parte una leguminosa, porque el lino necesita de nitrógeno y sales, como se comprueba en el siguiente análisis de la ceniza de la semilla:

K <sub>2</sub> O—30.2%	Na <sub>2</sub> O—2.1%	CaO—8.1%	MgO—14.3%
Fe <sub>2</sub> O—1.1%	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> —40.5%	SiO <sub>2</sub> —1.2%	Cl <sub>2</sub> — 0%

Las propiedades del aceite crudo de linaza dependen en gran parte, además de la procedencia de la semilla, del procedimiento y cuidados en la extracción. Frecuentemente hay aceites de mala calidad, debido a que no se libra convenientemente la semilla de linaza de otras que durante su cosecha la contaminan, especialmente la mostaza.

#### PRINCIPALES METODOS PARA LA EXTRACCION DE ACEITE

Primero: Por disolventes volátiles.

Segundo: Por prensas hidráulicas.

(Operaciones preliminares para cualquier método empleado:.)

(a) Limpieza de la semilla. En la actualidad hay máquinas especiales para este objeto. Limpian la semilla librándola de todo cuerpo extraño. Al mismo tiempo llenan los requisitos de la higiene industrial, evitando por medio de un colector de polvos que la atmósfera se sature de éstos, que serían un peligro para el operador.

(b) Molido de la semilla. Esta operación se lleva a cabo en molinos constituidos por cilindros estriados que giran a diferentes velocidades y en sentido contrario, pudiéndose retirar entre sí según el volumen de la semilla o el grado de finura que se desee en la molienda. Por medio de esta operación quedan rotas las células en las cuales está contenido el aceite.

#### METODO DE LOS DISOLVENTES VOLATILES

Varios son los disolventes volátiles empleados. Esta manera de obtención produce un máximo rendimiento, pero con la desven-



taja de dar aceites no de muy buena calidad, debido a la gran cantidad de materias colorantes que deja el disolvente por evaporación, comunicando además a la pasta un sabor repugnante y, en algunos casos, hasta propiedades tóxicas (S.C). no pudiendo por lo tanto utilizarse para la alimentación del ganado, razón por la que la torta obtenida por éste método se emplea como abono.

#### ANALISIS DE LA TORTA, OBTENIDO EN EL METODO ANTERIOR

Agua .....	10.2 %	Ext. no N. ....	37.7%
Proteínas .....	32.40%	Fibras .....	.1%
Grasa .....	3.8 %	Cenizas .....	6.8%

#### METODOS DE EXPRESION

Se puede emplear cualquier modelo de prensa hidráulica. Actualmente se emplean EXPELLERS que, en realidad, son una prensa continua. A los expellers entra la semilla molida y limpia de las impurezas extrañas. De la primera expresión que se dé en frío, se obtienen aceites de clase superior; y de la segunda y tercera, que se dé ayudada de calor, se obtienen aceites de más baja calidad, que se utilizan en la industria peletera, para impermeabilizar telas, y en las fábricas de jabón en cantidades pequeñas.

De la torta que resulta de las expresiones de la semilla, se obtiene una pasta propia para la alimentación del ganado. Esta pasta favorece de una manera notable la suavidad de la piel de los animales y la finura del pelo.

La cantidad de aceite en la pasta no debe ser mayor de un 11%, ni menos de un 6%.

#### ANALISIS DE LA TORTA, OBTENIDO EN EL METODO ANTERIOR

Agua .....	11 %	Proteínas .....	33.5%
Grasa .....	8.6%	Ext. no N. ....	31.7%
Fibra .....	8.7%	Cenizas .....	6.5%

#### CONSTITUCION DEL ACEITE DE LINAZA

Glicéridos del ácido	isolinoleico	60.70%
"	linolónico	12%
"	linoléico	15%

Otras substancias .....	1%
Fitosterina .....	0.416%
Fitosterina libre .....	0.197%
Fitosterina combinada .....	0.219%

México, con semilla nacional, puede producir un aceite crudo de linaza, que puede competir con el mejor extranjero.

#### ACEITE DE LINAZA EXTRANJERO. ACEITE DE LINAZA NACIONAL.

Pérdidas a 100-105°C. 0.2% .....	0.093%
Asientos en volumen 2% .....	0.0098%
Acidez (oleico) ..... 5% .....	3%
Indice de saponificación 195-189 .....	191.16%
Indice de iodo (Hanus) , 170-180 .....	170

#### EL ACEITE DE LINAZA EN LA HIDROGENACION

En el amplio campo de la química, la transformación de los aceites líquidos en grasas sólidas por la adición de hidrógeno ha sido un importante descubrimiento, pues se ha resuelto el problema de que las grasas naturales sólidas no cubrían las necesidades tanto industriales como de alimentación.

Día a día ha ido en aumento el consumo de las mantecas vegetales. Hoy tenemos, como principales aceites destinados a la industria de la hidrogenación, el ajonjolí o sésamo (llamado así por contener sesamina, a la que debe sus reacciones colorimétricas que lo caracterizan, aún en muy pequeñas cantidades); el de coco, que da excelentes resultados en la hidrogenación; el de algodón, reconocido por la reacción de Halphen; el de cacahuete, también de magníficos resultados. Al lado de estos aceites, hoy se ha tratado de hidrogenar el aceite de linaza que presenta la dificultad de que las gomas y resinas que le acompañan engloban el catalizador, impidiéndole su acción. En una hidrogenación de aceite de linaza, sin precipitar las gomas y resinas, se cargó el convertidor con aceite refinado y blanqueado. (En una hidrogenación normal, el tiempo necesario para elevar de 180° C. a 235° C. por el calor desprendido por la misma reacción exotérmica, es de 3 a 4 horas como máximo).

En esta prueba la temperatura subió ayudada por vapor sobrecalentado, en 10 horas, a 230° C. Terminada la hidrogenación, se encontró que el punto de fusión del aceite hidrogenado era de 55° C.

Se hizo la prueba de laboratorio, de la actividad del catalizador usado en la prueba, encontrándose completamente inservible, "lo que industrialmente se llama un CATALIZADOR ENVENENADO o MUERTO". Se considera un catalizador en tales condiciones cuando hay una disminución en su actividad catalítica o se anula completamente.

Como ya no se puede usar para subsecuentes hidrogenaciones, el costo de la hidrogenación del aceite en estas condiciones es muy alto y por lo tanto incosteable.

Se ha tratado de solucionar esta dificultad precipitando las gomas y resinas que los americanos llaman "sliming out" (desenlame).

Antes de la actual contienda, había en el mercado un aceite de linaza de origen europeo, al que purificaba dejándolo envejecer durante muchos años. En ese lapso de tiempo ocurría la precipitación de las gomas y resinas contenidas en él, que se separaban por decantación; filtrando después, se obtenía un aceite completamente transparente, que podía ser usado en la industria de pinturas por tener un índice de yodo mayor que el de los aceites crudos y, por lo tanto, una mayor secantividad. El aceite, más tarde, era refinado y blanqueado para obtenerlo de mejor calidad.

Hoy se recomiendan dos métodos para la precipitación, expuestos a continuación:

(a) Cargar la cantidad de linaza que se quiere tratar en una paila refinadora, calentar 55° C.; ir agregando 10% de agua pulverizada fría, y agitar durante 30 minutos; cortar la agitación y dejar en reposo 8 a 12 horas; drenar el agua y borrar, hasta llegar al aceite. Este puede ya así pasar al proceso de neutralización.

(b) El segundo método consiste en calentar el aceite a 43° C., agregando solución salina al 20% atomizada; este método es más costoso que el anterior. El tiempo de reposo es el mismo, de 8 a 12 horas; después se hace la neutralización con sosa.

Se efectuaron pruebas en el laboratorio usando los dos métodos anteriores, resultando mermas de 2 a 3%, las cuales son sumamente altas.

Hoy se abre a la investigación un nuevo método, económico, para la precipitación de gomas y resinas. Consiste en provocar una coagulación de ellas agregando ácido clorhídrico y dejando en reposo 12 horas; las gomas y resinas quedan precipitadas en el fondo; se lava el aceite para separar el ácido que queda.

Para deducir el porcentaje de ácido y la temperatura a que se debe operar, hice diferentes pruebas con resultados que a continuación expongo:

Gramos de aceite.	Concentración de ácido.	%	Temperatura.	Agua.	Resinas en volúmen.
50	1:2	5	45	3	0.1
50	1:2	5	50	3	0.1
50	1:2	5	60	2.5	0.7
50	1:2	7	45	3	0.1
50	1:2	7	50	4	0.1
50	1:2	7	60	3	0.5
50	1:2	7	70	3	0.2

Gramos de aceite.	Concentración de ácido.	%	Temperatura.	Agua.	Resinas en volúmen.
50	1:1	5	45	3	0.3
50	1:1	5	50	3	0.2
50	1:1	5	60	3	2.5
50	1:1	5	70	3	1.0
50	1:1	7	45	3	2.5
50	1:1	7	50	3	2.0
50	1:1	7	60	3	0.75
50	1:1	7	70	3	0.5

Gramos de aceite.	Concentración de ácido.	%	Temperatura.	Agua.	Resinas en volúmen.
50	1:5	5	45	3	1.5
50	1:5	5	50	3	0.2
50	1:5	7	60	3	0.3

50	1:5	5	70	3	0.2
50	1:5	7	45	3	2.5
50	1:5	7	50	3	0.3
50	1:5	7	60	3	0.3
50	1:5	7	70	3	0.3

Gramos de aceite.	Concentración de ácido.	%	Temperatura.	Agua.	Resinas en volúmen.
50	1:7	5	45	3	3.7
50	1:7	5	50	3	2.5
50	1:7	5	60	3	2.6
50	1:7	5	70	3	3
50	1:7	7	45	3	3
50	1:7	7	50	3	3
50	1:7	7	60	3	3
50	1:7	7	70	3	3

Orientada por los datos anteriores, procedí a hacer una prueba de precipitación en 600 gramos de aceite.

Acido clorhídrico .... 1:7 ... 5%  
 Temperatura ..... 45° C.

Obtuve los siguientes resultados:

Aceite sin resinas ..... 591  
 Resinas ..... 9  
 Agua ..... 21

PERDIDAS ..... 1.5%

Obtenido el aceite necesario, para seguir en el laboratorio el proceso de hidrogenación, ejecuté las operaciones preliminares para el objeto. (Que se denominan REFINACION).

- (1) Eliminación de impurezas extrañas.
- (2) Neutralización de los ácidos grasos libres.

- (3) Lavado del aceite.
- (4) Blanqueo y filtración.
- (5) Desodorización.

### 1) ELIMINACION DE IMPUREZAS

El aceite obtenido en los SPELLERS, pasa a tanques de decantación, en los que se separan las impurezas.

### 2) NEUTRALIZACION DE LOS ACIDOS GRASOS LIBRES

Con sosa o potasa cáustica comerciales, se hace la neutralización de los ácidos grasos libres; algunas veces se emplean amoníaco, carbonatos alcalinos, carbonatos alcalino-térreos. (Estos necesitan precauciones especiales; por lo que su empleo no se ha generalizado).

La neutralización se hace en recipientes de fondo cónico, provistos de agitadores que giran muy despacio (para evitar romper el grano de la precipitación); tienen, además, esos recipientes serpentines que llevan vapor de agua, para calentar el aceite a 60 grados centígrados.

La cantidad de neutralizante depende de la acidez del aceite (ácido oleico); se emplea lejía a 16 a 20 grados Be. La lejía entra por una regadera que la reparte uniformemente. Después de una hora de acción, se deja reposar, depositándose en la parte inferior del cono los residuos jabonosos y sustancias mucilaginosas; a este residuo se le llama "SOAP STOCK".

Hice pruebas de neutralización con aceite precipitado y aceite sin precipitar, y obtuve los siguientes datos comparativos:

ACEITE SIN PRECIPITAR.	ACEITE PRECIPITADO.
Acidez ..... 6.5	Acidez ..... 6.5
Sosa necesaria de 16:	Sosa necesaria de 16:
Be ..... 4.8%	Be ..... 4.8%
Pérdida por refinación 6.5%	Pérdida por refinación 4.5%
 (Promedio de 3 pruebas).	 (Promedio de 3 pruebas).

Generalmente, al cabo de 8 a 10 horas de reposo, se logra la total precipitación del jabón. Las pérdidas por neutralización deben estar comprendidas entre 1 y 10%, desechando por lo tanto aceites muy ácidos.

**ANALISIS DE LOS ACIDOS GRASOS EN EL SOAP STOCK OBTENIDO EN LAS PRUEBAS ANTERIORES.** Práctica de la operación: Se pesan 20 gramos aproximadamente del Soap Stock por analizar; se disuelven en éter sulfúrico, diluyendo con agua destilada. En seguida se añaden 25 cc. de ácido sulfúrico al 2%. En una probeta de decantación se hace la separación de los líquidos. En el éter sulfúrico quedan disueltos los ácidos grasos. Se evapora el éter y se quita la humedad a los ácidos hasta peso constante.

**MUESTRAS DEL SOAP STOCK DE ACEITE SIN PRECIPITAR**

Grs. tomados ..... 19.393  
 Acidos grasos ..... 7.852  
 $79:393:7.852 = 100:X$   
 $X=45.5\%$  (Cantidad de Acidos Grasos).

**MUESTRAS DEL SOAP STOCK DEL ACEITE PRECIPITADO**

Grs. tomados ..... 19.529  
 Acidos grasos ..... 2.85  
 $19.529:2.85 = 100:X$   
 $X=13.9\%$  Cantidad de Acidos Grasos).

**LAVADO DE ACEITE**

Una vez obtenido el aceite neutro, sigue el lavado. Los recipientes donde se verifica esta manipulación son análogos a los anteriores, pero dotados de un motor que agita continuamente, ayudando así a la separación total del jabón que pudiera haber pasado. Se da entrada al vapor a 60° C., al mismo tiempo que se añade agua caliente para eliminar la sosa y el jabón, pues éstos son venenos muy activos para el catalizador. Se dejan reposar las aguas del lavado, que se recogen en la parte inferior del recipiente. El lavado se hace dos o tres veces, hasta que las aguas demuestran ausencia de álcali y jabón. En el último lavado deben dejarse separar los dos líquidos lo más completamente posible, para de esta manera simplificar la siguiente manipulación que es el

## BLANQUEO Y FILTRACION

**SECADO.**—Se hace calentando el aceite a 100° - 110° C., agitando hasta que cese el desprendimiento de vapores. En el mismo recipiente en que se lleva a cabo el secado, se mezclan al aceite los decolorantes. Para decolorar un aceite, hay varios métodos:

- (a) Por medio de una materia decolorante complementaria.
- (b) Por absorción (medio físico).
- (c) Por medios químicos.

### METODO (a)

Igual que como se decolora el azúcar por el azul ultramar, a los aceites se les decolora empleando una materia colorante. El color amarillo baja mucho si se añade violeta de metilo, y el color rojizo con clorofila.

### METODO (b)

Este método es el más efectivo y se aplica en casi todas las fábricas. La absorción se hace por medio de tierras Fuller, compuestas casi en su totalidad de hidrosilicatos.

El aceite se calienta de 80 a 90°C; se añaden las tierras, que se dejan actuar de 10 a 15 minutos, agitando y sosteniendo la temperatura. Se deja enfriar a unos 60°C, y entonces se filtra el aceite en filtros prensas. A las primeras porciones filtradas se les denomina CABEZA y a las últimas COLA. Ambas no son muy claras y se vuelven de nuevo al filtro. Después de cada filtración se deben lavar muy bien las lonas del filtro, para que las siguientes filtraciones sean perfectas.

**PRUEBAS DE DECOLORACION.** Añadí, proporcionalmente en peso, 1, 3, 5, 7% de tierra Fuller (neutrol, filtrol, de la **FILTROL CORPORATION**, Chicago, Ill.) y obtuve los siguientes resultados.

1% .....	PERDIDA DE PESO	7%
3% .....	" " "	8%
5% .....	" " "	13%
7% .....	" " "	16%



Usando tierras Fuller, combinadas con carbón activo, se obtienen muy buenos resultados con pocas pérdidas.

#### TIERRA FULLER + CARBON ACTIVO.

1%	.....	.02%	.....	7%
3%	.....	.06%	.....	9%
5%	.....	.10%	.....	10%
7%	.....	.14%	.....	13%

Por no tener a mi alcance un colorímetro LEVIBOND, no puede anotar el color que les corresponde a cada una de las pruebas en la escala colorimétrica; pero en las observaciones practicadas, los aceites que obtuve con un 3% son magníficos para hidrogenar, con un 5% y 7% se pueden utilizar en la fabricación de pinturas blancas.

Es de mencionar la notable ventaja que se tiene al usar tierras decolorantes FULLER combinadas con CARBON ACTIVADO. Un aceite casi incoloro fué obtenido con un 3% de Fuller más 0.6 de carbón activado con una pérdida de 9%. Este mismo color es obtenido con 7% de Fuller con una pérdida de 16%; queda demostrada por esta prueba la notable ventaja de usar la combinación.

#### METODO (c)

La decoloración puede llevarse a cabo por carbonización de la materia colorante, operación muy delicada, pues muchas veces, al lograr la carbonización, se quema algo de aceite con pérdidas de consideración.

#### DEODORIZACION

El método más usado en la industria es la volatilización de la materia odorante por medio del vapor de agua. El aparato donde se efectúa está al vacío y provisto de serpentines para vapor de agua que elevan la temperatura a 100 grados centígrados. También lleva una llave para dar entrada al vapor seco y recalentado, el

cual penetra en el aceite, y debido al oxígeno que lleva en suspensión, obra sobre las sustancias vegetales, que son las que comunican el mal olor al aceite, oxidándolas. Después, por calentamiento las arrastra, saliendo por la parte superior, para lo cual está conectado el recipiente a la bomba de vacío.

## HIDROGENACION

La hidrogenación de aceites, produce una grasa de mayor consistencia que el líquido original y quita impurezas que no se pueden separar por otros medios. Se funda el proceso en convertir los glicéridos de los ácidos grasos no saturados en glicéridos de ácidos saturados; así, en el caso de la oleína, la adición de seis átomos de hidrógeno la convierte en estearina.

La reacción se hace a T° desde 100 a 200°C, a presiones menores de 200 lbs. por pulgada cuadrada, usando Ni como catalizador. Un aceite hidrogenado está en estado sólido, y es posible darle la consistencia deseada o variarle el punto de fusión hidrogenándolo parcialmente.

Un aceite que se quiera hidrogenar, debe estar libre de impurezas que obstruyan la acción del catalizador. Las impurezas pueden ser compuestos orgánicos de azufre, suspensiones coloidales de proteínas y mucílago, humedad y ácidos grasos superiores.

El aparato donde se lleva a efecto la hidrogenización se llama convertidor; existen numerosas patentes sobre estos aparatos. El que yo utilicé es un tanque alto con un agitador en la parte superior, completamente cerrado y terminado en cono por la parte inferior. En este lugar lleva un tubo, por donde entra el gas, con su correspondiente llave para abrirlo o cerrarlo. Tiene también dos tubos para escape, donde se efectúan las purgas, y, además, un tubo que sale por la parte superior y vuelve a entrar por la inferior, que sirve para una circulación. La presión de este tubo que está en el interior del convertidor, tiene unas perforaciones para repartir de una manera uniforme el hidrógeno.

Un aparato succionador se encuentra en la parte superior, el cual sirve para introducir catalizador nuevo, y sacar muestras. El aceite hidrogenado sale por la parte inferior, yendo por unos tu-

bos a los filtros prensas para separar el catalizador. El convertidor lleva relojes, indicadores y termómetros que indican T° a que se opera y libras de hidrógeno que ha absorbido el aceite. Para subir la T° van serpentines con agua caliente, y para enfriar, cuando se hace necesario, va otro que lleva agua fría.

Cuando el aceite está dentro del convertidor, se abre la válvula de los serpentines que llevan vapor de H<sub>2</sub>O para elevar la temperatura (hasta que marque unas 150 libras de presión).

Cuando la T° sea de unos 150°F, se hace el vacío para quitar toda humedad. Hecho esto, se cierran las válvulas de escape y se corta el vacío. Se comienza la hidrogenización. El grado de hidrogenización es fácilmente determinado para cualquier aceite por su punto de fusión, número de absorción de I, o índice de refracción. Cuando la aguja marque 30 o 40 libras, se abre el tubo de circulación. Después de unos 15 minutos de absorción de hidrógeno, se procede a hacer el vacío, cerrando el tubo de hidrógeno y el de circulación. Se abren los tubos de escape, y se introduce el catalizador nuevo de 1 a 2% (la cantidad depende de la actividad del usado).

Se corta el vacío y sigue la hidrogenación. Cada media hora se practica un análisis de la acidez, y, si es muy alta, se efectúan purgas seguidas.

Cuando ya se ha conseguido el grado de hidrogenación que se desea, se cierra la llave del H, y baja la T° a 200°F; se saca el aceite y se filtra para separar el catalizador. A la grasa endurecida se le hace la reacción con la Dimetilglioxima, para ver la existencia o ausencia del níquel. Cuando es positiva la reacción, da un precipitado rojo. Si el aceite ya no contiene níquel, se pasa al ROOL o cilindro solidificador, quedando endurecido en forma de escamas. El punto de fusión de los aceites es de 58 a 65°C. Para conseguir un punto de fusión a 35 a 45°, es de hora y media. Una hidrogenación total durará de 4 a 5 horas.

#### HIDROGENACION DE ACEITE DE LINAZA DESENLAMADO

Se cargó el convertidor subiendo la T° de 18°C a 280°C en tres cuartos de hora. Se dejó pasar hidrógeno y la absorción se hi-

bos a los filtros prensas para separar el catalizador. El convertidor lleva relojes, indicadores y termómetros que indican T° a que se opera y libras de hidrógeno que ha absorbido el aceite. Para subir la T° van serpentines con agua caliente, y para enfriar, cuando se hace necesario, va otro que lleva agua fría.

Cuando el aceite está dentro del convertidor, se abre la válvula de los serpentines que llevan vapor de H<sub>2</sub>O para elevar la temperatura (hasta que marque unas 150 libras de presión).

Cuando la T° sea de unos 150°F, se hace el vacío para quitar toda humedad. Hecho esto, se cierran las válvulas de escape y se corta el vacío. Se comienza la hidrogenación. El grado de hidrogenación es fácilmente determinado para cualquier aceite por su punto de fusión, número de absorción de I, o índice de refracción. Cuando la aguja marque 30 o 40 libras, se abre el tubo de circulación. Después de unos 15 minutos de absorción de hidrógeno, se procede a hacer el vacío, cerrando el tubo de hidrógeno y el de circulación. Se abren los tubos de escape, y se introduce el catalizador nuevo de 1 a 2% (la cantidad depende de la actividad del usado).

Se corta el vacío y sigue la hidrogenación. Cada media hora se practica un análisis de la acidez, y, si es muy alta, se efectúan purgas seguidas.

Cuando ya se ha conseguido el grado de hidrogenación que se desea, se cierra la llave del H<sub>2</sub>, y baja la T° a 200°F; se saca el aceite y se filtra para separar el catalizador. A la grasa endurecida se le hace la reacción con la Dimetilglioxima, para ver la existencia o ausencia del níquel. Cuando es positiva la reacción, da un precipitado rojo. Si el aceite ya no contiene níquel, se pasa al ROOL o cilindro solidificador, quedando endurecido en forma de escamas. El punto de fusión de los aceites es de 58 a 65°C. Para conseguir un punto de fusión a 35 a 45°, es de hora y media. Una hidrogenación total durará de 4 a 5 horas.

#### HIDROGENACION DE ACEITE DE LINAZA DESENLAMADO

Se cargó el convertidor subiendo la T° de 18°C a 280°C en tres cuartos de hora. Se dejó pasar hidrógeno y la absorción se hi-

zo rápida en hora y media. Quedaron los tanques con un almacenamiento de gas al 40%. La hidrogenación duró 14 horas (debido a la falta de presión en los tanques de almacenamiento del hidrógeno). El punto de fusión de este aceite llegó a 65°C.

Con el catalizador usado en esta prueba se puede hacer hidrogenaciones subsiguientes.

### PRUEBAS DE LABORATORIO

Las pruebas de Hidrogenación en el laboratorio las llevé a cabo valiéndome de un tubo ancho de vidrio, cerrado por un tapón con tres orificios que sirven: para establecer la corriente de hidrógeno, para el termómetro y para el tubo de desprendimiento de gases. Dentro de este tubo se pone el aceite a Hidrogenar (50 Grms.) añadiendo catalizador (1%) y filter cell (3%). Para calentar el aceite puede valerse de un baño de aceite Hidrogenado. Cuando el termómetro marca 150 grados se comienza a pasar corriente de hidrógeno, la temperatura se sostiene a unos 210 grados y cada media hora se toman muestras del aceite para ir observando el punto de fusión. En una de las experiencias con aceite desenlamado obtuve en una hora veinte minutos un aceite hidrogenado de punto de fusión igual a 60 grados.

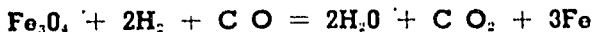
### OBTENCION DEL GAS HIDROGENO

#### 1) Por Electrolisis del agua:

El principal factor que determina la producción de hidrógeno por este método, es la fuerza eléctrica barata. Se usa principalmente en trabajos en pequeña escala, donde sostener un método de producción continua resulta caro.

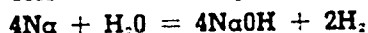
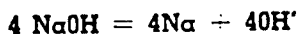
Método de Vapor de H<sub>2</sub>O y Hierro.

#### Principales reacciones:

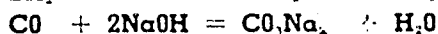
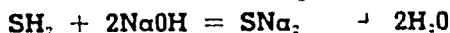


El Fe, después de ser oxidado con agua para producir hidrógeno, se regenera sobre el óxido de gas de agua.

En el método electrolítico del agua en presencia de lejía de sosa, la sosa se regenera constantemente, gastándose únicamente agua.



Para la obtención, existen células que están colocadas en serie, cerradas por arriba y por los lados, comunicadas por la parte interior por orificios de los diagramas que facilitan la circulación del electrolítico. Entre estas células están introducidos los electrodos positivos y negativos. Las células que tienen el cátodo, desprenden hidrógeno, que sale por un orificio en la parte superior. Las células que tienen el ánodo, desprenden oxígeno que escapa también por la parte superior. El oxígeno y el hidrógeno salen por tubos distintos unidos a gasómetros. La sosa que se usa como electrolito, es una solución al 26% y debe ser pura, pues sus impurezas pasarían al hidrógeno y después serían venenos para el catalizador. El hidrógeno, como sale de la electrolisis, es impuro. Para purificarlo se le hace pasar por torres filtrantes, la primera, que tiene sosa cáustica de 25°Bo, absorbe las impurezas.



Después el hidrógeno pasa por filtros de carbón en donde se acaba de purificar.

## ANÁLISIS DEL HIDROGENO

Para analizar el  $\text{SH}_2$  se pasará una corriente de hidrógeno sobre un papel impregnado de acetato de plomo. Si contiene  $\text{SH}_2$  el papel se pone negro.

El  $\text{SO}_2$  se reconoce haciendo pasar un poco de hidrógeno por un papel impregnado de nitroprusiato sódico que en presencia del gas  $\text{SO}_2$  se pondrá de color rosado.

El  $\text{CO}_2$  se reconoce pasando hidrógeno en una solución de hidrato de bario que se enturbia en su presencia.

Después de haberse comprobado la pureza del hidrógeno se

le hace pasar por viruta de madera y de hierro en donde las trazas de oxígeno y humedad quedarán retenidas. En estas condiciones el hidrógeno estará listo para almacenarse.

## PREPARACION DEL CATALIZADOR

Los catalizadores son esenciales, por decirlo así, a las reacciones de hidrogenación. Casos de reacción no catalítica pueden suceder cuando otra reacción se está verificando junto con la hidrogenación, de tal modo que el hidrógeno usado en ésta se va desprendiendo de la otra reacción. Exceptuando esto, la totalidad de las reacciones de hidrogenación, usen gas hidrógeno como la fuente del mismo, y la función del catalizador es efectuar la combinación química del gas con la sustancia, de tal modo que el hidrógeno sea añadido a la estructura molecular de esa sustancia.

## CATALIZADORES DE MEZCLAS DE METAL

Debido a que cantidades insignificantes de veneno pueden pasar en una reacción, es menester que los catalizadores sean Q. P. Pero en esta forma su acción catalítica es nula o muy baja; de donde se hace necesaria la aparición de promotores en el catalizador que combatan la acción venenosa de las impurezas. Por esta razón se han usado últimamente con buen resultado las mezclas de metales como esterilizadores; v. g.: níquel y cobre, níquel y alúmina, cobre y óxido de zinc y cobre y óxido de cromo.

Para preparar un catalizador para hidrogenación, debe tenerse cuidado, primero, de que los materiales sean puros y, segundo, prepararlo por reacción química mejor que por un método físico o mecánico. Por ejemplo, en la preparación del catalizador de níquel, es mejor precipitar el hidrato de níquel de un nitrato con un álcali y reducirlo a óxido y metal con hidrógeno, que prepararlo dividiendo una barra de níquel. Por último, si el catalizador tiene que ser almacenado, será mejor hacerlo en su estado más estable, por ejemplo, como óxido y reducirlo conforme se use.

El catalizador de níquel se obtiene embebiendo en arcilla cocida con ácido sulfúrico, y en seguida una solución de sulfato de

níquel: tratando después por una solución de carbonato sódico, el sulfato se transforma en carbonato que, por incandescencia, da óxido. Este óxido, tratado por corrientes de hidrógeno, deja en libertad al níquel. El níquel reducido viene en polvo fino mezclado con aluminio para evitar la oxidación: la separación de los dos se hace por medio de la NaOH.



## Conclusiones:

Dada la importancia que en nuestra industria tiene la hidrogenación de los aceites, cualquier modificación hecha durante el proceso y que dé por resultado la obtención de grasas costeables y de calidad debe tenerse en cuenta.

Como se ve en el desarrollo de este trabajo, el precipitar las gomas y resinas aparte de tener ventajas económicas tiene la conveniencia de dar grasas de buena calidad. La precipitación que en este caso se hizo por ácido clorhídrico puede hacerse por otros ácidos pero siempre teniendo en cuenta las condiciones más favorables pues hay veces que junto con la precipitación, si el ácido es mucho, o va muy concentrado se quema algo de aceite siendo esto una pérdida considerable.

Al efectuar cada paso de la hidrogenación menciono resultados que demuestran las ventajas del procedimiento aplicado.



QUÍMICA

## Conclusiones:

Dada la importancia que en nuestra industria tiene la hidrogenación de los aceites, cualquier modificación hecha durante el proceso y que dé por resultado la obtención de grasas costeables y de calidad debe tenerse en cuenta.

Como se ve en el desarrollo de este trabajo, el precipitar las gomas y resinas aparte de tener ventajas económicas tiene la conveniencia de dar grasas de buena calidad. La precipitación que en este caso se hizo por ácido clorhídrico puede hacerse por otros ácidos pero siempre teniendo en cuenta las condiciones más favorables pues hay veces que junto con la precipitación, si el ácido es mucho, o va muy concentrado se quema algo de aceite siendo esto una pérdida considerable.

Al efectuar cada paso de la hidrogenación menciono resultados que demuestran las ventajas del procedimiento aplicado.

# Bibliografía

Groggins.

Drugs and Galenicals, by D. C. Garrat.

Progreso de la Química de los aceites y Derivados Industriales, por  
Dainel Mangrané.

Las Plantas Oleaginosas de México, por Arnulfo Landaverde.

---