

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA

CONTROL QUIMICO EN EL PROCESO
DE HIDROGENACION DE ACEITES
VEGETALES

TESIS QUE PARA SU
EXAMEN PROFESIONAL DE

QUIMICO

PRESENTA

JOSE F. HERRAN

32



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



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.



BIBLIOTECA
de la
F. N. de Q. Q.

CONTROL QUIMICO
EN EL PROCESO DE HIDROGENACION
DE ACEITES VEGETALES.



TESIS QUE PARA SU EXAMEN PROFESIONAL DE QUIMICO PRESENTA

EL ALUMNO JOSE F. HERRAN



CAPITULOS.

Introducción.

I.- Determinaciones importantes en el Laboratorio.

II.- Refinación, Lavado y Decoloración.

III.- Hidrogenación.

a) Preparación del Catalizador.

b) Control de la pureza del hidrógeno.

c) Prueba de hidrogenación en el laboratorio.

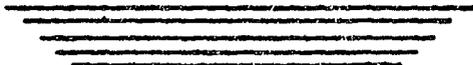
d) Venenos del catalizador.

IV.- Tipo de reporte diario.

V.- Reportes tomados de entre 240 hidrogenaciones efectuadas en la fábrica durante mi estancia en ella.

VI.- Conclusiones.

VII.- Bibliografía.



INTRODUCCION.

Los aceites y las grasas son un factor importante en la dieta del hombre y de los animales, formando en la época moderna la base de diversas industrias.

La vida y el progreso de una nación dependen en gran parte, del modo mas o menos fácil que tienen para abastecerse de estos productos, que pueden usarse tal como la naturaleza nos los proporciona o haciéndolos sufrir algún proceso para con ello obtener derivados comestibles, medicinales o técnicos.

La demanda de las grasas y los aceites, dándole este último nombre a aquellos triglicéridos que se conservan al estado líquido a una temperatura superior a 18° C, aumenta progresivamente con la población y el descubrimiento de nuevas aplicaciones.

Mientras los animales, tanto marinos como terrestres, no pueden proporcionar en cantidad ilimitada las grasas y los aceites, no sucede lo mismo con los seres del reino vegetal sobre todo si se consideran las posibilidades de intensificar su cultivo, considerando que hoy en día la producción de semillas oleaginosas en regiones templadas y sub-tropicales, es con mucho inferior a lo que se podría obtener.

Los botánicos modernos han hecho experiencias por medio de las cuales han logrado demostrar que el porcentaje de aceite puede ser aumentado de 13% a 20% por medio de injertos, sin considerar las posibilidades de mejoramiento en los métodos de agricultura que harían aumentar la producción de semilla por hectárea.

La mayor producción de aceites vegetales y animales y la mayor demanda de grasas de alto punto de fusión, llevó a los químicos franceses Sabatier y Senderens a buscar un medio por el cual se lograra este resultado a partir de aceites. Las experiencias efectuadas por ellos en 1897 hidrogenando pequeñas cantidades de diversos aceites, no pasaron de ser brillantes pruebas de laboratorio.

La primera patente otorgada a la posibilidad de hidrogenación de aceites en escala industrial, fué otorgada en Alemania el 14 de Agosto de 1902 y en el año de 1903 fué concedida otra a Norman. No obstante la diferencia entre las fechas, se suscitaron controversias con relación a la primacía en el descubrimiento.

En México, cada día aumenta la tendencia a sustituir la manteca de cerdo por las grasas vegetales obtenidas por mezclas de aceites o hidrogenados en tales proporciones que su punto de fusión sea aproximadamente de 40° C. De lo anterior se deduce que las dos o tres plantas de hidrogenación, en un futuro no lejano, se verán multiplicadas por la creciente demanda que de ese producto se hará.

Este sencillo trabajo tiene por objeto mostrar la forma de controlar el proceso de hidrogenación en una planta, indicando además muchos detalles prácticos no incluidos en los tratados de la materia y que observé durante el tiempo que permanecí en una hidrogenadora de aceites.

CAPITULO I.

Si en muchas industrias se observa la necesidad de un control químico en las diversas operaciones que en ellas se efectúan, en la hidrogenación de aceites el laboratorio desempeña un papel tan importante que, sin exageración, puede decirse que suprimiendo éste la planta tendría que suspender -- sus trabajos o sufriría graves irregularidades en su funcionamiento. Para darse cuenta de ello basta pensar que la facilidad con la cual el catalizador se envenena, requiere un minucioso análisis de todas las sustancias que han de ponerse en contacto con él para poder eliminar los venenos antes de echar a perder una cantidad apreciable de catalizador y aumentar el costo del producto al prolongarse el tiempo de la operación.

Podemos dividir las determinaciones en dos clases:

- a) Determinaciones útiles al químico para llevar a cabo la hidrogenación felizmente.
- b) Determinación de constantes del hidrogenado obtenido que fijan su calidad.

ACIDEZ.-

Es la estimación de la cantidad de ácidos grasos libres, expresándose el resultado en ácido oléico.

SOLUCIONES:

Una solución N/10 de NaOH.

Alcohol neutro.- Agregar 2 cc de una solución al 1% de fenolftaleína a 1000 cc de alcohol de 96° Gay-Lussac y titular hasta ligero color rosado -- con solución N/10 de hidróxido de potasio.

Determinación.- Pesar 10g de la muestra en un matraz Erlenmeyer (o una cantidad menor en el caso de que la muestra sea muy ácida) y agregar 50 cc del alcohol neutro, calentar por 10 minutos en el baño de maría o en Parrilla cubierta, agregar 1 cc de una solución de fenolftaleína y agitando constantemente titular la mezcla con la solución N/10 de hidróxido de potasio hasta que el color rosado persista por un minuto. Es necesario agitar vigorosamente para poner en contacto los ácidos grasos libres con la solución de potasa. El número de centímetros cúbicos gastados se multiplica por --- 0,0282, factor del oleico y se calcula la acidez en 100 g de muestra.

INDICE DE YODO (HAIUS).

El índice de yodo se define como el número de gramos de yodo fijados -- por 100 g de grasa o aceite.

La absorción del yodo en los ácidos no saturados o en sus ésteros es - excesivamente lenta, debe así reforzarse su acción combinándolo con cloruro mercuríco, bromo o cloro. Este índice está sujeto a una ligera variación en la misma clase de aceite vegetal.

REACTIVOS:

Solución de yoduro de potasio.- Disolver 45 g de yoduro de potasio pu- ro en 300 cc de agua y guardar la solución al abrigo de la luz en un frasco azul o ambar.

Engrudo de almidón.- Mezclar 1 g. de almidón pulverizado en 20 cc de - agua fría y agregar la mezcla a 500 cc de agua en ebullición. Hervir duran- te 10 minutos. Enfriar y guardar la solución en un frasco cerrado con tapon de cristal. Agregar 5 cc de cloroformo como preservativo y agitar la mezcla. La preparación puede durar así en buen estado 6 meses.

Solución de tiosulfato de sodio.- Hervir 1500 cc de agua durante 30 mi- nutos para tener la certeza de que se encuentra estéril. Después de hervir- la, inviértase el matraz sobre un pequeño vaso lleno con la misma agua y de- jese enfriar. Disuélvase 24.8 g de tiosulfato de sodio en el agua fría y - llévase el volumen hasta 1000 cc. Pénsese cuidadosamente 0.4 a 0.5 g de yodo puro, finamente pulverizado y pásense a un matraz de 250 cc con tapon de - cristal. Agréguese (medidos en probeta) 15 cc de la solución de yoduro de potasio y agítese hasta que todo el yodo se haya disuelto. Agregar 100 cc - de agua, mezclar y titular con la solución de tiosulfato hasta que una gran parte del color de yodo haya desaparecido. Agregar 1 cc del reactivo de en- grudo de almidón y continuar agregando lentamente la solución de tiosulfato hasta que el color azul del almidón haya desaparecido. Calcular el factor - de 1 cc de la solución en yodo hasta la sexta cifra decimal.

Solución de Hanus.- Disolver 13.815 g de yodo pulverizado en 825 cc de ácido acético glacial (99.5%) en un frasco oscuro con tapon de cristal. La mezcla puede ser calentada ligeramente si es necesario para lograr una com- pleta disolución. A la temperatura de la habitación médanse 25 cc con una - bureta y recíbanse en un matraz Erlenmeyer de 200 cc de capacidad. Agregar 50 cc de agua, 10 cc de la solución de yoduro de potasio y titular con tio- sulfato N/10. Colocar 200 cc de ácido acético glacial dentro de un matraz - de 300 cc. y agregar 3 cc de bromo puro, despues de mezclar perfectamente, - médanse 5 cc dentro de un matraz; agréguese 10 cc de solución de yoduro de potasio y 50 cc de agua y titúlese con solución N/10 de tiosulfato. Calcu- lar la cantidad de bromo necesaria para doblar el contenido de halógeno en los 800 cc de la solución de yodo en ácido acético, de la siguiente manera:

$$A = \frac{B}{C}$$

A =centímetros cúbicos de la solución de bromo que se requieren.

B =800 por la cantidad de centímetros cúbicos de tiosulfato gastados - para 1 cc de la solución yodo-acético.

C =cantidad de centímetros cúbicos de tiosulfato N/10 gastados para - 1 cc de la solución bromo-acética.

La solución final debe contener 13.2 g de yodo por 1000 cc.

Ejemplo.- 136.15 g de yodo se disuelven en 8250 cc de ácido acético --
glacial.- 300 cc de bromo se disuelven en 2000 cc de ácido acético. La tity
lación de 50 cc de la solución de yodo muestra que 1 cc es igual a 1.1 cc --
de la solución N/10 de tiosulfato. La titulación de 5 cc de la solución de
bromo nos indica que 1 cc de ella es igual a 4.6 de la de tiosulfato. La
cantidad de bromo necesaria para doblar el contenido en halógeno de los --

8200 cc restantes es $\frac{8200 \times 1.1}{4.6} = 1961$ cc. Después de mezclar las dos ag

luciones en esta proporción, se obtiene un volumen final de 10161 cc que --
contienen 135.3 g de yodo, la solución debe contener por litro 13.2 g de --
yodo, luego tiene en exceso 1.2 g de yodo, de donde se deduce que hay que --
agregar 91 cc de ácido acético para lograr que este 1.2g de yodo se diluyan
y la solución quede correctamente preparada. Esta solución permanece inalte
rable por un año, guardándola en la oscuridad.

DETERMINACION DEL INDICE DE YODO EN UN ACEITE.

Pesar cuidadosamente de 0.15 a 0.25 g de la muestra en un pequeño vi--
drio de reloj de 1 cc de capacidad e introducir el vidrio con la muestra --
dentro de un matraz de yodo perfectamente seco y limpio. En el caso de te--
ner que calentar la grasa para fundirla, debe esperarse hasta que se encuen
tre fria para que las corrientes de aire caliente no produzcan alteraciones
en la oscilación de la balanza. La cantidad de muestra debe aumentarse en --
el caso de que el aceite tenga un bajo índice de yodo, pesando en estos ca--
sos 0.5 g. Agréguese 15 cc de cloroformo (medido en probeta) o, en su de--
fecto, de tetracloruro de carbono y agítese suavemente hasta que la muestra
se encuentre perfectamente disuelta. Cuando se trata de grasas difíciles de
disolver puede calentarse suavemente el matraz hasta lograr su perfecta di--
solución. Agregar de una bureta o, por medio de una pipeta con una pera de
goma, 25 cc de la solución de Hanus (el exceso de yodo debe ser de 50 a 60%
de la cantidad agregada, esto es, de 100 a 150% de la cantidad fijada por --
la muestra). Humedézcase el tapón con la solución de yoduro de potasio y tá
pese el matraz dejándolo en un lugar oscuro durante 30 minutos. Cuando las
determinaciones son varias, úsese un reloj de laboratorio con campana, mar--
cando entre una muestra y la otra 10 minutos, tiempo suficiente para titu--
lar una muestra, mientras termina el período de la siguiente. Pasados los --
30 minutos, agregar 15 cc de solución de yoduro de potasio y 75 cc de agua.
Mezclar y titular la solución de yodo usando la solución de tiosulfato de --
sodio. Titúlese rápidamente y con constante rotación del matraz de yodo, --
hasta que todo el color rojo de la solución haya desaparecido y en su lugar
se halle presente un ligero color amarillo. Agregar 1 cc de la solución de
almidón y, agitando, seguir agregando la solución de tiosulfato lentamente
hasta que el color azul del almidón haya desaparecido. Háganse dos determi--
naciones en blanco (sin ninguna grasa). Del número de centímetros cúbicos --
exactamente décimo normales de tiosulfato requeridos para la determinación
en blanco, réstese la cantidad de centímetros cúbicos gastados para cada --
uno de los problemas, obteniéndose así la cantidad de centímetros cúbicos --
de tiosulfato equivalentes al yodo fijado por las dobles ligaduras. Calcu--
lar el porcentaje de yodo absorbido, usando el factor 0.01269 multiplicado --
por los centímetros cúbicos de tiosulfato, e usando el factor de éste en yo
do.

PUNTO DE FUSION.-

Esta es una de las determinaciones más importantes en la hidrogenación de grasas, puesto que el precio del hidrogenado varía con su punto de fusión. Como cada método proporciona datos tan distintos que no se puede establecer una comparación entre uno y otro, los comerciantes en aceites y manteca vegetal de la República Mexicana acordaron aprobar un método que puede considerarse como una modificación del Caturegli, hecha por el Ing. Ortega Uink. El aparato consiste en un vaso de Phillips de 700 cc Pyrex que lleva en su boca un tapón con algunas horadaciones pequeñas para dejar salir el vapor, y una gran horadación en el centro a través de la cual pasa un tubo Pyrex - de 12 cm. de largo y 3 cm de diámetro, tapado con un tapón de corcho, por cuyo centro pasa un termómetro de 0° a 62°C en décimas de grado, de los usados para la prueba de Titer-Test.

A una pequeña rodaja de corcho se le hace una perforación y tangencialmente a ésta una pequeña ranura en la cual se pueda insertar un cubre-objeto. Por la perforación pasa el bulbo del termómetro, quedando el cubre-objeto adherido perfectamente a este.

DETERMINACION DEL PUNTO DE FUSION.-

Sobre el cubre-objeto colocado en la superficie de una mesa, aplíquese una hoja de acero de 0.1mm de espesor con una perforación de 5mm de diámetro, por medio de una espátula tómesse un poco de grasa o el aceite hidrogenado y rellénese alguna de las perforaciones de la hoja. Levantando esta, - quedará sobre el cubre-objeto un pequeño disco de grasa que deberá tener el espesor de la hoja. Colóquese el cubre-objeto en la ranura del tapón que se introducirá en el termómetro procurando que la muestra quede sobre el bulbo. Insértase el termómetro en el tubo y este introdúzcase en el vaso Phillips que se llenará con agua hasta sus tres cuartas partes; una de las perforaciones del tapón llevará un agitador de alambre. El fondo del tubo debe estar a 5 cm. del fondo del vaso y el bulbo del termómetro a 2cm. del fondo del tubo. Caliéntese el baño suavemente de manera que los últimos grados (10 antes del punto de fusión) asciendan a razón de 1 por minuto, tómesse la temperatura cuando todo el círculo de grasa se haya transparente y muestre indicios de que está próximo a encurrir.

APARATO PARA LA DETERMINACION DEL COLOR.-

Actualmente se usa el siguiente aparato para apreciar el color de los aceites refinados: una caja perfectamente cerrada y barnizada interiormente con pintura negra mate. En el interior de ella se encuentra un foco de cobalto de 100 watts, colocado en tal forma que en luz se refleje sobre la superficie de un block de magnesia que tendrá el ángulo necesario para que el rayo de luz sea reflejado en sentido vertical, iluminando así los tubos que contienen la muestra y las láminas de vidrio que sirven como término de comparación. El tintómetro está provisto de un tubo tapado por un extremo con una pequeña lámina de metal provista de dos perforaciones, que permiten ver simultáneamente la muestra y las cristales tipos. Cristales rojos y amarillos conocidos con el nombre de Lovibond y perfectamente estandarizados, son los que para esta prueba se usan. Los que mas se utilizan son los del número 30 al 35 inclusive, del color amarillo. Los tubos para la prueba son especiales, de un vidrio desprovisto de color y deben tener como dimensiones

no menos de 2 cm. de diámetro y estar provistos de una marca que indique -- que desde el fondo del tubo hasta ella, hay 13 cm. de altura.

DETERMINACION.-

Llénesse el tubo hasta la marca. El aceite debe estar claro y transparente y a una temperatura de 20° a 24° C. Si el aceite se encuentra turbio, fíltrese a través de papel filtro a una temperatura de 20° a 24° C. y al -- dar el resultado indíquese que se tuvo que efectuar esta operación. Si el -- aceite o la grasa por examinar no se encontraran completamente fundidas a -- la temperatura de 20° C, caliéntese hasta su total fusión y determínese el color a una temperatura no mayor de 10° C del punto de fusión. Colóquese el tubo en el tintómetro y junto váyanse colocando vidrios amarillos y rojos -- hasta igualar el color, cuando se crea haberlo logrado, colóquese el tubo -- de que el aparato viene provisto y obsérvese a través de él comprobando si la igualdad es perfecta. Exprésese el resultado indicando la suma de los números amarillos, como por otra parte, de los rojos.

Los colores en términos Lovibond, de varios grados de aceites refinados, para mejor explicación son por ejemplo, para el aceite de algodón:

Prime Summer Yellow Cottonseed oil 35 amarillo y 7.6 rojo, Prime Summer White Cottonseed oil 20 amarillo y 2.5 rojo, etc.

Actualmente existen aparatos eléctricos (G.E) que eliminan el error visual de los colorímetros del tipo anterior.

PRUEBAS CON ACEITES CRUDOS.

MEZCLADO DE LA MUESTRA.-

Agítese perfectamente el frasco que contiene la muestra en posición invertida antes de sacar el aceite para el análisis. Si el aceite está frío -- deberá calentarse a 20° C, antes de tratar de mezclarlo. Después de agitar, examínese el fondo del frasco para ver si contiene sedimentos, por medio de una varilla de vidrio, si algo se encuentra debe removerse completamente y mezclarse muy bien con el aceite, antes de proceder al análisis.

HUMEDAD O MATERIA VOLATIL.-

Colóquese en un disco de metal o porcelana tarado, 10 g. de la muestra bien mezclada, caliéntese suavemente sobre llama directa con un movimiento de rotación, hasta que el aceite empieza ligeramente a humear. Enfríese y -- repórtese la pérdida de peso como humedad. Resérvese para la determinación de Harina o Impurezas.

HARINA O IMPUREZAS.-

Lávase el residuo de la determinación de Humedad en un vaso con éter -- de petróleo y caliéntese para disolver el aceite. Fíltrese la muestra resultante en crisol Gooch, y lávese el residuo con éter de petróleo hasta que -- esté libre de aceite. Sequese hasta peso constante, divídase por 0.8 y repórtese como porcentaje de Harina o Impurezas.

ACIDOS GRASOS LIBRES.-

Pésese 7.05 g. del aceite bien mezclado, en un matraz de 250 cc, añá--
dase 50 cc de alcohol conteniendo 0.05% de feniltaleína y cantidad sufi--
ciente de solución de sosa caústica para dar al alcohol un color ligeramen--
te rosa. El alcohol debe neutralizarse precisamente antes de añadir el acei--
te al matraz, titúlese con solución N/4 de sosa caústica hasta que se obtie--
ne un color rosa débil permanente, que no se elimina por agitación violenta
de la muestra. Repórtese como por ciento de ácidos grasos libres en oleico,
el número de centímetros cúbicos de solución de NaOH N/4 usados en la títu--
lación.

REFINACION DEL ACEITE CRUDO.- (a).- Aparatos:

Báscula de capacidad de 1000 g. sensible a 1/2 g., pesas de 1/2 a 500 g.,
copas de refinación de fierro esmaltado, de 10 a 10.7 cm. de diámetro y de
10 a 10.7 cm. de alto, con una capacidad total de 900 cc.

APARATO PARA REFINACION.-

Un agitador mecánico con dos baños de agua, arreglados para detener --
las copas de refinación, con su contenido, mientras se está agitando. Cada
baño de agua tiene un falso fondo perforado para recibir las copas de refi--
nación y sujetarlas en su lugar, como una pulgada arriba del fondo del baño.
Cada baño está provisto de una llave de agua y de un tubo grande de descar--
ga para vaciarlo rápidamente. Para el calentamiento se puede usar gas o va--
por. Un baño se mantiene a temperatura de 20° a 24° C y el otro de 63° a 67°
C. Un solo baño de agua puede ser usado en lugar de los dos separados, si --
se hace un arreglo apropiado, de manera que la temperatura del agua se pue--
da elevar rápidamente de la temperatura baja especificada, a la temperatura
alta, en un tiempo máximo de 60 segundos. Esto se puede hacer introduciendo
vapor vivo o vaciando rápidamente el baño y volviéndolo a llenar con agua --
previamente calentada a la temperatura requerida. El agua en cada baño debe
ser continuamente agitada, para asegurar una temperatura uniforme y el ni--
vel del agua debe ser el mismo que el del aceite en las copas de refinación.
Los agitadores son en forma de T con las espas de una pulgada de ancho y --
tres y media pulgadas del largo total, ajustadas en ángulo recto con la va--
rilla del agitador. Cada agitador debe moverse con engranes y éstos por me--
dio de un motor de capacidad suficiente para mover todos los agitadores si--
multáneamente, a las velocidades especificadas, bajo la carga máxima. El --
agitador debe llegar aproximadamente hasta un cuarto de pulgada arriba del
fondo de las copas. La velocidad de los agitadores en el baño de agua fría
debe ser de 250 ± 10 R.P.M. y en el baño de agua caliente de 70 ± 5 R.P.M.

(b).- SOLUCIONES DE HIDROXIDO DE SODIO.-

Estas soluciones deben ser de un contenido de hidróxido de sodio per--
fectamente conocido libre de carbonato o cualquiera otra impureza y deben --
prepararse de la siguiente manera: 1ª se prepara una solución sobresaturada
añadiendo a cada Kg. de hidróxido de sodio puro, quebrado en pequeños peda--
zos, 3/4 de Kg. de agua destilada. Se calienta el baño de vapor agitando de
vez en cuando, no menos de tres horas. Se deja asentar y enfriar de 24 a 48
hs. conservando el vaso cubierto para eliminar el aire lo más que sea posi--
ble. Durante el enfriamiento, una porción de hidróxido de sodio que se ha--

bía disuelto en la solución caliente, se cristaliza junto con el carbonato de sodio presente y en estas condiciones la solución no contendrá cantidades apreciables de carbonato. Si los cristales no se separan la solución no es sobresaturada. Se decanta la solución y si no está perfectamente clara se filtra a través de asbesto, se diluye a las concentraciones requeridas con agua destilada que ha sido previamente hervida y enfriada. La concentración final de las soluciones se debe ajustar por titulación y no por determinación de densidad. Lo importante es conocer el contenido exacto de hidróxido de sodio más que su densidad. Las soluciones de la siguiente concentración deberán usarse y tendrán que estar dentro de los límites que muestra la siguiente tabla:

TABLA DE SOLUCIONES DE HIDROXIDO DE SODIO.

Grados Bé Nominales	Contenido de NaOH	Variaciones Mínimo	Permitibles Máximo.
10 (a 15°C)	6.57 %	6.44 %	6.70 %
12	8.00	7.84	8.16
14	9.50	9.31	9.69
16	11.06	10.84	11.28
18	12.68	12.43	12.93
20	14.36	14.07	14.65
22	16.09	15.77	16.41
24	17.87	17.51	18.23
26	19.70	19.31	20.09
28	21.58	21.15	22.01
30	23.50	23.03	23.97

Las soluciones no deberán tener más de tres meses de preparadas.

(c).- PROCEDIMIENTO DE REFINACION.-

Colóquese 500 gr. de la muestra de aceite crudo, perfectamente mezclada en una copa de refinación tarada y déjese en reposo, si es necesario, para que las burbujas de aire escapen. Ajustese la temperatura de aceite crudo y del baño de agua de 20° - 24° C (en el caso de aceite de coco, a 30° - 35° C) usando hielo si es necesario para enfriar el agua. Con el agitador girando a 250 R.P.M. ± 10 se añade lo más rápidamente posible al aceite la cantidad propia de solución de NaOH (en el caso del aceite de coco se añade 0.1% de sal seca y en polvo, por cada 1% de ácidos grasos libres presentes en el aceite crudo antes de añadir la solución de NaOH). Se continúa agitando por 15 minutos exactamente a contar del momento en que se añadió la solución de NaOH (45 minutos para aceite de semilla de algodón designado como Prensado en Frío, Expeller o Prensado de Semilla Entera, o tipos que abren lentamente; 30 minutos para aceite de cacahuete y 5 minutos para aceite de coco) en seguida transfírase el baño de 65° C (50° a 53° C para el aceite de coco) y agítase a 70 ± 5 R.P.M. exactamente 12 minutos (20 minutos para los designados por aceites que abren lentamente y 5 minutos para el aceite de coco). La temperatura del aceite deberá ser entonces de 60° - 65° C (48° - 52° C para el aceite de coco) ajustando la temperatura del agua si es necesario dentro de los límites especificados para obtener esta temperatura final en el aceite. Déjese asentar una hora poniendo la copa dentro de un

baño de agua a 65° C (50° - 53° C para aceite de coco) enfrioso durante 30 minutos, poniendo la copa dentro de un baño de agua fría a 20° - 24° C (26° - 30° C para aceite de coco) con el objeto de mantener líquido el aceite y manténgase a esta temperatura una hora más y de preferencia durante la noche. Pésese la copa de refinación con su contenido y el peso dedúzcase del peso total del aceite crudo más copa de refinación para obtener la pérdida por evaporación. Decántese el aceite refinado en una copa de refinación tarada y déjese que el aceite escurra de los asientos de refinación por 30 minutos. Pésese el aceite refinado y fíltrese en un papel filtro blanco (Eaton and Dykeman N° 617, Reeve Angel N° 230, o alguna otra clase aprobada por el Comité de Químicos). En el caso de aceites prensados en frío y de aceites de semilla entera (Whole pressed oils) añádase 0.5 g. de Filter Cel (puede obtenerse en la Secretaría de la A.O.C.S.) el aceite refinado y decantado se agita por 5 minutos en la máquina de blanqueo a 250 R.P.M. y a la temperatura ambiente para absorber la materia coloidal antes de filtrar. Este aceite filtrado se usará para la determinación de Clase. Pésese la copa de los asientos de refinación, junto con estos, en seguida fúndanse los asientos metiendo la copa dentro de agua a 75 ± 2° C por media hora, sin agitar, se enfría 15 minutos en un baño de agua fría, o hasta que los asientos solidifiquen, en seguida se decanta en un recipiente tarado cualquier cantidad de aceite que se recobre, dejando escurrir 15 minutos. En el caso de aceite de soya, los asientos se pueden endurecer, metiendo la copa en agua helada si es necesario para que el aceite pueda escurrir de éstos. Pésese separadamente el aceite recobrado, después de fundir los asientos, y añádase este peso al peso del aceite refinado, primeramente obtenido. Repítase la fusión enfriamiento y decantación como se ha indicado, hasta que el aceite que se recobre de la última fusión no llegue a 1.5 g. En los casos en que los asientos no solidifican la última porción del aceite puede sacarse mejor de su superficie por medio de una pipeta.

Nota.- Cualquier cantidad de asientos que floten en la superficie del aceite o decantados con el aceite deben recuperarse y añadirse al cuerpo principal de asientos antes de pesar. Esto puede hacerse fácilmente decantando el aceite a través de una coladera de té con tela fina de alambre la cual retendrá los asientos que flotan, para ser añadidos al cuerpo principal.

Nota.- No debe permitirse que el aceite esté en contacto con cobre -- pues en algunos casos el color es afectado. El nuevo equipo debe hacerse de material que no contenga cobre. El equipo de cobre o bronce ya existente debe cambiarse o protegerse por una cubierta apropiada, como una capa fuerte de níquel.

(d).- CALCULOS.-

Determinése la pérdida de refinación por dos métodos de cálculo cuyos resultados deben chequear con una diferencia máxima de 0.25%. Reportese el promedio de los métodos de cálculo.

METODO N° 1: peso del aceite crudo menos peso del aceite refinado, da la pérdida de refinación.

METODO N° 2: Peso de los asientos de refinación más pérdida por evaporación, menos peso de la solución de sosa caústica (incluyase el peso de la sal usada en el caso del aceite de coco) usada, da la pérdida de refinación.

La cantidad máxima de hidróxido de sodio permitida para refinar, debe calcularse por la siguiente fórmula, para aceites de prensas hidráulicas o prensados en caliente, con ácidos grasos libres (oleico) en cantidad mayor de 1.5%; para aceites hidráulicos o prensados en caliente con ácidos grasos libres en cantidad menor que 1.5%, únicamente 80% de la cantidad calculada por esta fórmula, deberá usarse:

$$\frac{\text{Acidos grasos libres}}{5.2} + 0.54 = \text{NaOH máxima}$$

La cantidad máxima de NaOH permitible, para refinar aceite de Expeller, prensado en frío o de semilla entera deberá calcularse por la siguiente fórmula:

$$\frac{\text{Acidos grasos libres}}{5.2} + 0.77 = \text{NaOH máxima}$$

La fuerza de las soluciones de NaOH (expresados en grados Bé) para usarse en refinación de aceites crudos de semillas de algodón de diferente contenido de ácidos grasos libres, deberán ser como sigue:

Por ciento Acidos Grasos Libres	Aceites hidráulicos o prensados en caliente	Aceites prensados en frío, Expeller o de semilla entera
1.5 % o menos	12°Bé y 14°Bé	16°Bé y 20°Bé
1.6 a 3.0%	12	16 20
3.1 4.0	14	16 20
4.1 5.0	16	16 20
5.1 7.5	18	20 26
7.6 10.0	20	20 26
10.1 15.0	20	20 30
arriba de 15.0	22	20 30

Las instrucciones arriba indicadas son el resultado de una muy extensa y cuidadosa investigación hecha por la Refining Committee of the American Oil Chemist's Society. El equipo de refinación puede solicitarse a W. Agee, Memphis, Tenn.

Notas.- Las reglas anteriores se aplican literalmente en el caso de aceite crudo de algodón.

El método de refinación para el aceite crudo de cacahuate sigue el procedimiento general que para el aceite crudo de semilla de algodón, pero en todos los casos el aceite debe ser agitado con la lejía de sosa 30 minutos antes de calentar y cuando los ácidos grasos libres no excedan de 3%, la prueba debe ser hecha con lejía de 10°Bé. Según el criterio del operador podrán usarse lejías de diferente concentración. Cuando los ácidos grasos libres no excedan de 3% deberá usarse una cantidad suficiente de lejía para superar en 0.1% de hidróxido de sodio la cantidad requerida para neutralizar los ácidos.

Para el aceite de ajonjolí y para el de soya se sigue el mismo método

que para el aceite crudo de algodón. En el caso de aceites de esta clase -- que contengan menos de 3% de ácidos grasos libres debe usarse 0.2% de hidróxido de sodio en exceso sobre la cantidad necesaria para neutralizar los ácidos grasos. Cuando los ácidos grasos excedan el 3%, la cantidad de lejía deberá ser de una vez y cuarto la necesaria para neutralizar la acidez.

Por último, para el aceite crudo de coco, el método de refinación también sigue las reglas generales del aceite de algodón. En el caso de aceites que contengan menos de 5 % de acidez libre en oleico, la cantidad de hidróxido de sodio no deberá ser mayor que 0.2% de la requerida para neutralizar los ácidos. Cuando el porcentaje de éstos exceda de 5, la cantidad de lejía deberá ser de una vez y un cuarto la cantidad necesaria para neutralizar los ácidos. Al final de la prueba el aceite deberá calentarse de 30° - 35°C.

N.B. Haganse las pruebas de refinación usando las lejías de sosa de diferente concentración indicadas en las tablas editadas por el Refining - Committee of the American Oil Chemists Society y usese en la refinación en paila la lejía que haya dado mejores resultados en el laboratorio.-

DETERMINACION DE LA CANTIDAD DE NIQUEL QUE CONTIENE UN HIDROGENADO.-

Esta prueba no solo sirve para determinar el contenido en niquel sino también para saber si una grasa es producto de la hidrogenación de un aceite.

Llévese a cenizas 5 a 10 g. de grasa en un crisol de porcelana. Trátense estas con 1 c.c. de HCl concentrado y calientense al baño de maría. Agregase 2 a 3 c.c. de agua, fíltrese y sígase al método de la dimetilgloxima.

PRUEBA CUALITATIVA PARA EL ACEITE DE ALGODON.

Cuando está hidrogenado se identifica por la prueba de Bellier, agitando 5 c.c. de la muestra fundida con 5 c.c. de HNO₃ (P.e.) 1.4 y 5 c.c. de una solución saturada de resorcina en benceno. Aparece un color rosado o violeta. Para reconocer el aceite efectúese la prueba de Halphen, colocando 5 c.c. de muestra en un tubo, con 5 c.c. de bisulfuro de carbono conteniendo 1% de azufre y 5 c.c. de alcohol amílico. Mezclar y calentar en baño de maría lleno con una solución saturada de cloruro de sodio para elevar el punto de ebullición. Al cabo de tres horas (algunas veces antes) aparece un color rojo o rojo-anaranjado. Cuando el aceite se ha hidrogenado la prueba de Halphen es negativa.

PRUEBA CUALITATIVA PARA EL ACEITE DE AJONJOLI.-

Villavechia Modificada.- A 5 c.c. de aceite en un tubo de ensaye agregar 0.1 c.c. de una solución al 2% de furfurool en alcohol etílico, agitar y agregar 5 c.c. de HCl concentrado. Volver a agitar con fuerza y dejar reposar 10 minutos. Agregar 5 c.c. de agua agitar y observar el color. La aparición de una coloración roja demuestra la presencia del aceite de ajonjolí siempre que este se encuentre en la mezcla en proporción de 1% o más.

PRUEBA CUALITATIVA PARA EL ACEITE DE NABO.-

Todas las reacciones coloridas, si bien dan resultado cuando el aceite está puro, cuando se halla mezclado con otros aceites no existe ninguna que proporcione datos para asegurar que se encuentra presente.

Siendo este aceite el mas usado para adulterar los otros debido a su bajo precio, es importante poder determinar su presencia.

La prueba que a continuación expongo, la he ensayado con buen éxito y me he basado para idearla en el mayor contenido de compuestos nitrogenados que este aceite tiene, con relación a los de algodón y ajonjolí. Debo aclarar que algunas veces resulta negativa o da resultados dudosos pero en la mayor parte de los casos proporciona buenos datos.

Consiste en efectuar una determinación de nitrogeno total con el método de Kjeldahl, usando como catalizador sulfato de cobre, si el contenido de este elemento es mayor de 0.25% puede tenerse un indicio de la adulteración con aceite de nabo.

Destruyanse alrededor de 2 g. pesados cuidadosamente por el método que arriba se indica.-

CAPITULO II

REFINACION, LAVADO Y DECOLORACION.

REFINACION.-

Después de efectuada la prueba indicada en el capítulo anterior y por medio de la cual se conoce qué concentración en grados Baumé, de la lejía de sosa en la mas conveniente para obtener la menor pérdida de refinación, prueba que debe efectuarse sobre una muestra de aceite tomada de la paila de refinación después de agitarla cuidadosamente, se procede a refinar toda la partida.

Una refinación consiste esencialmente en la adición de sosa al aceite con objeto, no solo de privarlo de los ácidos grasos libres sino también de eliminar una serie de impurezas que son absorbidas durante el proceso por las partículas de jabón formadas y arrastradas al fondo de la paila mecánicamente. El residuo obtenido en esta forma recibe el nombre de soap stock y tiene una utilización ulterior en jabonería. En la hidrogenación es necesario que el aceite esté casi neutro. Es importante saber que mientras el aceite se agita en frío todos los ácidos grasos libres son neutralizados. Cuando el aceite se comienza a calentar, parte de los triglicéridos se desdoblan y la sosa se combina con los ácidos grasos producidos durante esta reacción, quedando si no se prolonga la agitación en frío, suficiente acidez que impide la fácil hidrogenación.

Voy a referirme a la forma de refinar tres aceites vegetales: el de algodón, el de coco y el de ajonjolí.

REFINACION DEL ACEITE DE AJONJOLI.-

Determinada la acidez y efectuadas las pruebas de refinación, se agrega la sosa que debe ser siempre de 16° B \acute{e} . Se agita en frío durante 15 minutos agregando lo más rápidamente posible la lejía, transcurrido este tiempo se eleva la temperatura hasta 42° a 47° C, se disminuyen las revoluciones y una vez que se ha alcanzado la temperatura dicha se deja de agitar, se cierra el vapor y se llena de agua el serpentín para tener mayor seguridad de que la paila no se sigue calentando. Se deja reposar, se decanta el aceite refinado y se pasa a la paila de lavado. Es común sustituir una parte de la lejía de sosa por silicato de sodio soluble, lo cual tiene por objeto darle mayor densidad al "soap stock", que en general, es más ligero que el de otros aceites y se sedimenta con mayor dificultad.

LAVADO.-

Esta operación tiene por objeto librar al aceite de las pequeñas cantidades que pueda tener de "soap stock" y es la misma para todos los aceites.

Agréguese al aceite que se encuentra en la paila de lavado, agua a 40° C en una proporción de 10% con respecto al aceite, agítese a 65 revoluciones más o menos. Es conveniente agregar el agua en forma de lluvia. Suspéndase la agitación y déjese reposar hasta que el aceite y el agua se hayan separado. Por la llave que tiene la paila en la parte inferior saquese el agua y repítase el lavado 3 o 4 veces más, pudiendo calentarse el agua un poco más en la tercera y cuarta operación. Los lavados deben suspenderse hasta que las aguas de lavado no viren al rojo al adicionar a 200 cc de ellas 1 cc de fenolftaleína. Cuando el agua con la cual se lava, hace virar la fenolftaleína por tener alcalinidad en carbonatos, úsese un embudo de separación, colóquense 200 g. de aceite, lávese agitando con 3 porciones de agua destilada a 60° C y de 50 cc cada porción e invéstiguese en los tres lavados reunidos la alcalinidad. Es sumamente importante en hidrogenación que el aceite esté completamente desprovisto de residuos de soap stock, porque este constituye uno de los venenos del catalizador, como podrá verse en el capítulo de hidrogenación. Cuando el aceite se encuentra perfectamente lavado, séquese calentando al vacío o simplemente en una paila; en éste último caso elévese la temperatura hasta que iguale el punto de ebullición del agua. Es necesario, durante esta última operación, agitar el aceite con las máximas revoluciones de las paletas.

Cuando el aceite se encuentra ligeramente húmedo, la acidez vuelve a aumentar en muy corto tiempo, retardando así la hidrogenación como ya se dijo antes.

BLANQUEO.-

Esta operación es necesaria en hidrogenación solamente cuando el aceite después de refinado y lavado tiene un color demasiado alto. Cuando no, es suficiente la hidrogenación que tiene la propiedad de disminuir considerablemente el color del aceite. La decoloración se lleva a efecto de la siguiente manera: Agréguese al aceite, tierra fuller y carbón activado en las proporciones siguientes: 1% de tierra sobre el peso del aceite y 5% de carbón sobre el peso de la tierra, calentando el aceite como máximo a 80° C y filtrando a través de filtro prensa. Agítese durante 1/2 hora aproximada-

mente, ya sea que el aceite sea decolorado si es necesario, o que esta operación no sea indispensable, el aceite, perfectamente seco y con una acidez máxima de 0.05% en ácido oleico, está listo para proceder a hidrogenarlo.

CAPITULO III.

HIDROGENACION.

La hidrogenación industrial de aceites vegetales tiene como principio el poner en contacto con el hidrógeno el aceite calentado, en presencia de 0.1 a 0.5 por ciento (algunas veces mas) de níquel reducido como catalizador. Se usa como "soporte" del catalizador generalmente tierra fuller. Algunas plantas de hidrogenación emplean para preparar el níquel, una solución de sulfato de este metal con un 10 a 20% de tierra de infusorios y precipitan luego el níquel con una solución de carbonato de sodio. El precipitado así obtenido es lavado con agua, secado y reducido en un horno especial con hidrógeno, a una temperatura de 300° a 500° C. El catalizador preparado con tiene de 20 a 30% de níquel y debe ser preservado de la acción del aire sumergiéndolo en aceite neutro y puro, en el seno del cual se vuelve a reducir calentándolo de 225° a 250° C y pasándole una corriente de hidrógeno; después de esta operación puede ser filtrado sin peligro de que el aire ejerza influencia sobre él, pues una película de aceite protege cada partícula.

El método mas común, consiste en utilizar una aleación de níquel y aluminio, y se expondrá en el inciso (a) de este capítulo.

De acuerdo con el método, la hidrogenación se lleva a efecto con hidrógeno a una presión de 1 a 12 atmósferas, variando las temperaturas entre 160° y 180° C.

En el proceso es importante usar hidrógeno seco y lo mas puro posible. En el inciso b) de este capítulo se expone el método de análisis de este gas.

Es también de vital importancia que el aceite se encuentre libre de acidez, (lo mas neutro posible), que no contenga residuos de soap stock (ver la forma de investigarlo en la parte que habla de la refinación), que esté perfectamente seco y, por último, que no contenga ninguna sustancia extraña que reduzca la actividad del catalizador.

Los aceites requieren 28.4 litros de hidrógeno a 20° C y 760 mm. por cada unidad de índice de Hanus y por tonelada de aceite.

En todo este trabajo, me refiero a plantas de hidrogenación de sistema discontinuo, que son en la práctica las que producen los mejores resultados, prescindiendo de las ventajas que desde el punto de vista teórico tienen los sistemas continuos.

El aparato consiste esencialmente en un recipiente cerrado provisto de serpentines para poderlo calentar y con un sistema de agitación y otro de circulación del hidrógeno, por la parte superior puede hacerse el vacío con objeto de evitar el calentar una mezcla de aire e hidrógeno.

La hidrogenación es una reacción fuertemente exotérmica, es necesario frecuentemente hacer circular agua por los serpentinas con objeto de evitar un alza demasiado grande de temperatura.

Después de la hidrogenación, el aceite debe ser enfriado a una temperatura tal, que la exposición al aire, del mismo, no lo altere. En el aceite que mas frecuentemente se observan alteraciones, sobre todo en el color que aumenta notablemente, es en el de ajonjolí, cuando no se toma la precaución antes dicha.

El aceite hidrogenado es posteriormente filtrado a través de un filtro prensa para eliminar el catalizador y su soporte. En algunos casos se deodoriza, pero casi puede decirse que esto no es necesario mas que en casos muy particulares.

R.H. Vakil propone quitar el sabor producido en estos casos por la hidrogenación, pasando una corriente de bióxido de carbono o de nitrógeno durante una hora y calentando el aceite de 145° a 150° C. Después se enfría en el llamado roll (un cilindro con salmuera y circulación de amoníaco) y la película sólida que se desprende se envasa.

Durante la hidrogenación el color disminuye notablemente, el índice de Refracción se reduce y el índice de saponificación, la acidez y la materia insaponificable, cambian de valor. Es común controlar la hidrogenación observando la disminución del índice de refracción, para lo cual periódicamente se sacan muestras de aceite, se filtran a través de papel filtro y se colocan una o dos gotas en el butirrefractómetro manteniendo la temperatura a 70° C. En el caso de que no se cuente con este aparato, puede controlarse el punto de fusión de la siguiente manera: Filtrese la muestra (una o dos gotas son suficientes), colóquese en un cubre objetos e introdúzcase en un refrigerador, para que la grasa cristalice perfectamente; a los 10 minutos sáquese y determínese el punto de fusión como se indica en el primer capítulo, este procedimiento es absolutamente original.

El aceite de algodón completamente hidrogenado tiene un punto de fusión de 63° a 63,2° C y el peso del aceite se aumenta en un 0.7% después de la hidrogenación.

En los Estados Unidos se acostumbra hidrogenar los aceites parcialmente hasta un punto de fusión de 35° a 43° C, según la región a la cual van destinados, constituyendo así la manteca vegetal. En México el aceite se hidrogena hasta un punto de fusión de 60° C o un poco más y fundido se mezcla a distintos aceites vegetales hasta obtener un punto de fusión en la mezcla, comprendido entre los mismos límites del parcialmente hidrogenado. Este método tiene el inconveniente de que transcurrido bastante tiempo y sobre todo, si la temperatura ambiente es alta los constituyentes se separan.

Por último, la acción del hidrógeno en presencia de un catalizador sobre los ácidos no saturados, ya sea que estos se encuentren libres o combinados en forma de ésteres, es selectiva.

La tabla siguiente hecha por mí, muestra los puntos de fusión de aceites parcialmente hidrogenados y completamente hidrogenados. En el primer caso se indica también el Índice de Yodo. (Emanus)

Aceite	Indice de Yodo	Punto de fusión
Ocoo	1.0	44.5°C
Algodón	69.7	38.7°C
Ajonjolí	54.8	47.8°C

Completamente hidrogenados.

Ajonjolí	63.7°C
Algodón	63.1°C

a) PREPARACION DEL CATALIZADOR.-

Fue Berzelius a mediados del siglo pasado, el primero en observar la acción de determinadas sustancias que tenían como propiedad el acelerar algunas reacciones, por la sola acción de presencia o contacto, suponiendo que en ellas existía una fuerza oculta que determinaba este fenómeno. La palabra catalítica que se aplica a esta fuerza, procede del griego y quiere decir disolver o desligar, puesto que el cuerpo se encuentra lo mismo al principio que al fin de la reacción y actúa de un modo similar al calor en las reacciones químicas.

Modernamente no se acepta la existencia de esta fuerza oculta y misteriosa, sino que, aceptando en principio la definición de Ostwald es "la aceleración producida en un fenómeno que se realizaría de por sí, lentamente, provocada por la presencia de una sustancia extraña".

Se llaman catalizadores a aquellos cuerpos que aceleran la velocidad de una reacción, pero que no intervienen en el rendimiento de la misma. Generalmente las reacciones catalíticas se verifican de igual modo sin el concurso del catalizador pero lo hacen con mayor lentitud (algunas veces años).

No deben considerarse las reacciones catalíticas como raras, porque actualmente hay la idea de que no existe reacción, que no pueda ser catalizada, aunque se desconozcan los catalizadores necesarios para la mayor parte de ellas.

El catalizador no se modifica químicamente después de la reacción, -- aunque generalmente cambia su estructura física.

En algunos casos se acepta que el equilibrio puede ser desplazado en un sentido determinado y se cita la reacción entre el alcohol etílico y el ácido acético, utilizando sílice coloidal como catalizador; con lo cual se obtiene 10% más de acetato de etilo que el que corresponde al equilibrio teórico.

Llama la atención en la catálisis la ínfima cantidad de catalizador necesaria, con relación a las sustancias reaccionantes; por ejemplo: -- -- 0.0005 g. de bióxido de manganeso son capaces de descomponer 1000 kg. de H_2O_2 .

Se clasifican las catálisis en homogéneas y heterogéneas, siendo las

primeras aquellas en las cuales, tanto el catalizador como los cuerpos reaccionantes, tienen el mismo estado físico, y las segundas aquellas en las que el catalizador y las sustancias de la reacción lo tienen diferente. Puede pues, clasificarse la hidrogenación de aceites, entre los de la segunda clase y es precisamente en este tipo de reacciones y sobre todo en las de oxidación y reducción heterogéneas, donde la actividad depende en gran manera del método de preparación que se haya seguido para obtener el catalizador, puesto que el proceso de obtención está relacionado con el estado físico y con el grado conveniente de división. Es también sumamente importante el "soporte" puesto que facilitará grandemente el contacto de las sustancias reaccionantes.

Por último, existen hipótesis químicas y físicas que tratan de explicar la acción de los catalizadores; las primeras también reciben el nombre de hipótesis de los compuestos intermedios y suponen la formación de compuestos inestables, los cuales en el ciclo de las reacciones regeneran el cuerpo primitivo. Las segundas, llamadas también hipótesis de absorción suponen la catálisis, como una condensación superficial de los cuerpos reaccionantes en la superficie del catalizador, aumentando de esta manera la concentración de los cuerpos en las puntas del mismo, por lo cual la reacción se verifica con mayor facilidad. Así las puntas activas del catalizador atraerían con gran fuerza a las sustancias y las pondrían en íntimo contacto, reaccionando entre sí. La fuerza atractiva de estas puntas sería menor para la sustancia formada, la dejaría libre y quedaría dispuesta la superficie para volver a repetir el proceso.

Según algunos autores esta es la explicación conveniente en la hidrogenación de aceites, usando níquel como catalizador.

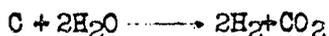
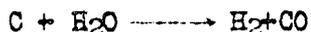
Cuando en la fábrica se prepara el níquel partiendo de la aleación níquel-aluminio, la que contiene 48 partes del primero por 50 del segundo, -- siendo las 2 partes restantes metales activadores del catalizador, se procede de la siguiente manera:

La aleación se introduce en un recipiente provisto de agitación y se le agrega sosa de 30° Bé, tanta como sea necesaria para formar el aluminato de sodio, y un poco más. Se calienta el recipiente hasta la ebullición y se prosigue esta, hasta que todo el aluminio haya desaparecido formando el compuesto antes indicado. El punto final se conoce porque no se forman más burbujas de hidrógeno (generalmente son necesarias 24 horas). En estas condiciones se decanta el líquido que sobre nada, después de dejar reposar el catalizador y se lava este varias veces con agua para eliminar toda traza de alcalinidad. El níquel así preparado se cubre con aceite y se calienta hasta eliminar la humedad, guardándose en tambores muy limpios para usarlo en el momento oportuno.

b) CONTROL DE LA PUREZA DEL HIDROGENO.-

No solo es necesario que el aceite se encuentre desprovisto de sustancias nocivas al catalizador, sino que, también el hidrógeno requiere un cuidadoso análisis para poder comprobar su pureza y en el caso de que esta no sea lo suficientemente grande, cambiar las soluciones de los aparatos purificadores del gas.

El método mas comunmente empleado para producir hidrógeno a bajo costo consiste en hacer pasar vapor de agua sobre hierro al rojo, recuperando luego el ácido ferroso férrico mediante una corriente de algún gas reductor, - como el gas de agua, que está constituido por una mezcla de hidrógeno, monóxido de carbono y bióxido de carbono y que se produce haciendo reaccionar - carbón incandescente con vapor de agua según la siguiente reacción:



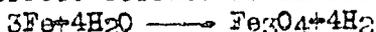
siendo necesario para que estas reacciones se verifiquen, que la temperatura exceda los 900°C porque si es inferior se verifica preferentemente la segunda reacción.

La composición media trabajando en condiciones óptimas es la que a continuación se expresa:

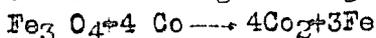
50 % de hidrógeno
40 % " monóxido de carbono
5 % " bióxido de carbono
3 % " nitrógeno
2 % " oxígeno

Estos dos últimos elementos provienen de la inyección de aire que hay que efectuar periódicamente para evitar que el vapor llegue a apagar el carbón.

Cuando el óxido ferroso férrico se ha formado según la reacción



cuando se hace pasar la corriente de gas de agua, se obtiene su reducción



El hidrógeno obtenido en esta forma se lava con agua, se pasa por una torre que contiene solución de sosa y por último se seca en unos recipientes especiales llenos de viruta de madera, encerrándose bajo presión en los tanques de los cuales se utilizará cuando sea necesario.

Según lo anterior, se comprende que el hidrógeno puede impurificarse - por mezcla de otros gases, no pudiendo ser esto descubierto sino mediante - el siguiente análisis que se efectúa periódicamente.

HUMEDAD.-

Hágase pesar el gas a través de un tubo en U lleno de cloruro de calcio anhidro y previamente pesado, recójase el gas dentro de un garrafón lleno de agua, e invertido sobre una cuba hidroneumática. Calcúlese el porcentaje de humedad por litro después de haber pasado 10 litros por el tubo en U y de repetir la pesada del mismo. Cantidad máxima aceptada: 0.01%.

MANEJO DEL APARATO DE ORSAT.-

Este aparato tiene una bureta graduada en 100 unidades de 1 cc, cada una, está dividida en quintos. La bureta tiene una chaqueta de agua para -

evitar los cambios de temperatura. Las pipetas de absorción también llamadas tubos de Orsat tienen la forma de U y contienen las soluciones usadas para absorber las impurezas del gas; así la primera contiene KOH para absorber el CO la segunda solución alcalina de ácido pirogálico para absorber el oxígeno y la tercera solución amoniacal de cloruro cuproso para determinar el CO; algunos aparatos tienen una cuarta que se llena de agua para proteger del aire las pipetas segunda y tercera.

En un análisis de gas la manipulación del aparato de Orsat consiste principalmente en dos operaciones: mover los gases dentro de las diferentes partes del aparato Orsat y medir su volumen.

Cuando el gas se ha sacado de la pipeta de absorción debe tenerse cuidado de no introducir parte de la solución dentro de la válvula, ni tampoco que la solución corra dentro del agua, en la bureta de medición. La solución se levanta despacio hasta la altura del nivel en la parte ancha de la pipeta, pero tan pronto llega al cuello sube rápidamente, y antes de que un operador inexperto se de cuenta, parte de su solución se va a la bureta de medición. Para evitar tales accidentes, la botella usada para nivelar se manipula con la mano derecha mientras que el tubo de goma que la une a la bureta de medición es sostenida entre el pulgar y el índice de la mano izquierda. Si se ejerce presión en el tubo de goma la corriente de gas puede ser así reducida hasta colocar el nivel de la solución en el punto deseado del cuello del tubo de Orsat. Cuando la solución se ha traído a ese punto deseado, el operador puede sostenerla haciendo uso de una pinza y colocando el frasco en el soporte, quedando con esto la mano derecha libre para poder manipular la llave. La misma manipulación debe usarse cuando los gases han sido forzados dentro de la pipeta de absorción.

La medición del volumen es la operación más importante en el análisis del hidrógeno, un cambio de presión cambia el volumen del gas. Aunque la presión atmosférica varía poco y algún cambio se verifica lentamente, es conveniente medir el volumen de los gases bajo presión atmosférica constante.

El gas en la bureta de medición es llevado a ella a la presión atmosférica en el momento de la experiencia, sosteniendo la botella de nivel en tal posición que el nivel del agua sea igual tanto en la botella como en la bureta, de manera que una línea horizontal pasaría a través de ambos niveles. Cuando se hace la lectura del tubo de goma debe estar libre de burbujas de aire. Debe tenerse cuidado de permitir que el agua que moja las paredes de la bureta de medición, escurra para hacer una lectura correcta, en general medio minuto es suficiente. Debe darse especial atención a las uniones de goma de las distintas partes del aparato. Al hacer conexiones los extremos de los tubos de vidrio deben aproximarse lo más posible y los tubos de hule estarán perfectamente ajustados. Para probar el ajuste del aparato se llena la bureta de medición como hasta la mitad con aire, cerrando bien los tapones. La botella de nivel se baja; el aire que está adentro queda bajo una presión reducida. Si el agua de la bureta permanece a un mismo nivel durante cierto tiempo, no hay ninguna entrada de aire, en caso contrario, es decir, si el nivel sigue bajando hay que revisar todas las uniones antes de comenzar el análisis.

Al principiar el análisis, cada solución debe elevarse hasta la marca

que el tallo de la pipeta tiene y cerrar la válvula correspondiente; el gas que se encuentra en la bureta de medición debe ser expulsado forzando el agua hasta que llegue a la marca superior del cuello de la bureta.

Para llenar de gas la bureta, se conecta el extremo del tubo libre que tiene el aparato con el recipiente que contiene el gas por analizar, el gas es absorbido bajando la botella de nivelación con la llave de tres vías, - abierta hacia la entrada del gas. Pruébese el aparato llenándolo dos o tres veces y volviéndolo a vaciar con el hidrógeno para limpiarlo de residuos de otros análisis o de aire, por último, déjese una nueva cantidad del gas y ciérrase la llave de tres vías. El gas se pone bajo una ligera presión, levantando la botella de nivelación hasta que el agua llegue arriba de la marca 0. El tubo de goma se oprime entre el pulgar y el índice de la mano izquierda y la botella de nivelación se coloca más abajo de la parte inferior de la bureta de medición, la presión ejercida en el tubo lentamente es aflojada, permitiéndose al agua llegar a la marca 0. Se sostiene en este punto por medio de una pinza, colocada en el tubo de goma, abriendo la llave del aire exterior durante unos segundos y cerrándolo después. Cuando la presión del tubo se afloja el agua de la botella de nivelación se sostiene al mismo nivel que el agua de la bureta, el nivel debe estar precisamente en la marca 0, en caso contrario repítase la operación de volver a llenar el aparato con el gas.

DETERMINACION DEL BIOXIDO DE CARBONO.-

Después de haber ajustado el volumen del gas, de tal manera que la bureta de medición contenga 100 cc a la presión y temperatura ambiente, levántase el frasco obligando al agua a pasar al tubo de Orsat que contiene la solución de potasa. El tubo de goma se sostiene entre el pulgar y el índice y el franco de nivel se eleva hasta colocarlo en la parte superior del aparato. Abriente la llave del tubo de potasa y aflojando lentamente la presión de los dedos, se logra este resultado. Vuélvase a bajar el frasco y hágase pasar el gas a la bureta conchada, repítase la operación tres veces volviendo a hacer pasar el gas al tubo de absorción y recorriéndolo a la bureta. -- Per último, y estando el gas en este recipiente, ciérrase la llave ajustando antes el nivel de la potasa hasta la marca que el tubo tiene. El volumen se mide moviendo el frasco de nivel de manera que las dos superficies, tanto la de este, como la de la bureta coincidan. Vuélvase a pasar el gas al tubo de Orsat, después de haber ajustado el volumen leído, y repítase la operación con el tubo de potasa tal como al comienzo se indica; al las dos lecturas coinciden todo el CO_2 ha sido absorbido. La disminución de volumen corresponde a la cantidad de este gas en los 100 cc. Debe tenerse especial -- cuidado de que el gas no se escape por la parte posterior del tubo de Orsat, porque se obtendrá una lectura falsa; para evitar esto, hágase pasar el gas de la bureta al tubo lentamente y tomarse la precaución de evitar que alguno de los tubos de vidrio que cada tubo de Orsat contiene en su interior, -- para presentar mayor superficie de contacto al gas, no se haya realizado -- por el codo que comunica la parte anterior con la posterior de cada sección. En algunos aparatos una pera de goma provista de un tapón que cierra la rama libre del tubo de Orsat evita esta inconveniente.

DETERMINACION DEL OXIGENO.-

Determinado en la forma antes expuesta el CO_2 y usando un procedimiento similar se hace pasar el gas al tubo de absorción segundo que contiene --

una solución alcalina de ácido pirogálico. El oxígeno es absorbido mucho -- más lentamente que el CO_2 debiendo pasarse al gas en esta operación mayor -- número de veces. Cuando dos lecturas dan el mismo resultado todo el oxígeno ha sido absorbido y la contracción en volumen representa el contenido de este gas en el hidrógeno.

DETERMINACION DEL CO_2 -

Este gas se absorbe por una solución amoniacal de cloruro cuproso, con tenida en el tubo número 3. La determinación es difícil porque la solución después de ser usada algunas veces ya no absorbe nada del CO más aún, en algunos casos, en que se ha usado varias veces cede algo de gas dando por resultado que el volumen leído sea mayor que el que se encontraba antes de -- iniciar la operación. Para tener buenos resultados es necesario que la solución sea constantemente renovada.

MODO DE PREPARAR LAS SOLUCIONES.-

Solución de hidróxido de potasio.- 330 gr. de potasa no purificada por el alcohol se disuelven en 1000 c.c. de agua destilada. Hágase la disolución en un vaso y después de fría pásese a un frasco en el cual se deja sedimentar. Decántese el líquido que sobrenada y guárdese en un frasco tapado con tapón de hule. Esta solución sirve para determinar el CO como ya se dijo antes y para preparar la solución alcalina de ácido pirogálico. Un tubo de Orsat lleno con esta solución sirve para unas 150 determinaciones de CO .

SOLUCION ALCALINA DE ACIDO PIROGALICO.-

Se prepara disolviendo 10gr. de ácido pirogálico en 25 c.c. de agua. -- Esta solución se coloca en el segundo tubo de Orsat y se le agrega hasta -- llenarlo la solución de potasa descrita en párrafo anterior. Para agitarla úsese el procedimiento de hacer circular dentro del tubo, hidrógeno, subiendo y bajando el frasco de nivel. Esto tiene por objeto privar a la solución de contacto con el oxígeno del aire. Una pipeta llena basta para 40 determinaciones.

SOLUCION DE CLORURO CUPROSO AMONIACAL.-

Se usa para esta preparación cloruro cuproso, cloruro de amonio e hidróxido de amonio. Este último debe ser puro y tener un peso específico de 0,91. A 750 cc. de agua en un frasco se le agregan 250 gr. de cloruro de -- amonio, se agita la mezcla hasta que los cristales de la sal se hayan disueltos, agitando ligeramente si es necesario. A esta solución se le agregan 200 gr. de cloruro cuproso, éste se disuelve lentamente de manera que hay -- necesidad de agitar de tiempo en tiempo el frasco para lograrlo. La parte -- que no se disuelva se deja sedimentar decantando cuidadosamente el líquido que sobrenada. Unos cuantos pedazos de limadura de cobre o de alambre, bien limpios ayudarán a reducir el cloruro cuproso. Consérvese la solución en -- una botella perfectamente cerrada, durando indefinidamente. Para usarla se mide la cantidad necesaria para llenar uno de los brazos del tubo de Orsat. A esta cantidad medida se le agrega despacio hidróxido de amonio, formando -- se al principio un ligero precipitado que desaparece cuando se agrega más -- amoniacal, tomando entonces la solución, un color azul oscuro. La mezcla durante la adición del hidróxido de amonio debe ser agitada a fin de disolver

el precipitado completamente. Aproximadamente se necesita un volumen de amoníaco para 3 de la solución de cloruro cuproso, no debe agregarse demasiado amoníaco porque el volumen del gas analizado aumentaría por el desprendimiento de gas NH_3 .

Viértase la solución inmediatamente en la pipeta de absorción porque el aire la altera rápidamente. Recientemente preparada absorbe perfectamente el monóxido de carbono debiendo ser renovada con frecuencia.

N. B.- Cuando se carguen los tubos de Orsat el nivel de las soluciones en cada uno de ellas deberá ser de un poco más de la mitad de su altura para que cuando se haga subir el nivel quede una pequeña cantidad de solución en la rama posterior.

IDENTIFICACION DEL H_2S .

En una solución de HCl al 5%, se disuelven unos granitos de dimetil-pa-ra-fenileno-diamina (sulfato), y se añaden unas gotas de solución de cloruro férrico al 5%. En presencia de una mínima cantidad de H_2S aparece una coloración azul, debida al azul de metileno formado.

Para verificar la prueba hágase burbujear el H, en esta solución, esta manera de identificar el H_2S en el H, no se encuentra en ningún libro y fué el primero en utilizarla para este fin.

c) PRUEBA DE HIDROGENACION EN EL LABORATORIO.

Para efectuarla puede usarse cualquiera de los aparatos manufacturados por las casas comerciales especialistas, en el caso de no disponerse de él, es factible el improvisarlo, como yo tuve que idearlo en la fábrica en donde trabajé.

En un tubo Pyrex de 15 cm. de diametro por 15 cm. de largo introduzcase un tapón bihoradado con un tubo de vidrio terminado en punta que llegue hasta el fondo y otro que sobresalga 1cm. por la parte inferior del tapón. Colóquese el aceite en el tubo hasta una altura de 4 cm. y agrégesele 1 g. del catalizador, acto continuo intradúzcase el tubo en un baño de aceite que lo cubra hasta la mitad haciéndole pasar una corriente de hidrógeno por el tubo en punta regulando las burbujas de tal manera que el catalizador se ponga en suspensión en el aceite. Caliéntese el baño hasta una temperatura de 190 grados C., recójase el hidrógeno que proviene del tubo de salida en un garrafón de 20 litros de capacidad lleno de agua e invertido sobre una cuba hidroneumática. Después de haber pasado 10 litros, cierrese la llave del hidrógeno y filtre la muestra observando si el aceite sufrió algún endurecimiento. Para el algodón el punto de fusión debe ser de 45°C siempre que el catalizador se encuentre en buenas condiciones y que tanto el hidrógeno como el aceite, estén puros.

Las pruebas anteriores determinan por eliminación la causa de las fallas en la hidrogenación, así si se sospecha que el hidrógeno sea la causa del envenenamiento del catalizador puede comprobarse el análisis efectuado con el aparato de Orsat, hidrogenando un aceite de pureza comprobada con un catalizador activo, y comprobar que la operación se lleva a efecto lentamente o que el aceite no se endurece en lo absoluto.

Es oportuno hablar aquí del llamado índice de hidrógeno. Bedford lo define como el número de c.c. de hidrógeno a 0° y 760mm absorbidos por un gramo del compuesto no saturado. Para el ácido oléico tiene un valor de 0.714 a 0.745.

El aparato descrito por Fokin para determinar este índice consiste en un matraz con una capacidad de 50 a 150 c.c., con un pequeño vaso adherido al fondo por fusión del vidrio y conectado por medio de un tubo a una bureta para gases y a un gasómetro lleno de hidrógeno. En el vaso se coloca 0.1 g. de negro de platino y en el matraz la cantidad pesada de substancia además de 20 a 30 c.c. de alcohol etílico libre de oxígeno disuelto. Se introduce el hidrógeno y se agita el aparato mecánicamente hasta que la absorción sea completa. Los datos obtenidos por Fokin son los siguientes:

Acido eláidico	78.6 a 81.4	(78.8)
Acido oléico	86.2 a 87.2	(86.2)
Acido erúico	39.4	(65.6)

Los números entre paréntesis son los que expresan la cantidad teórica absorbida, calculada del índice de yodo (Wijs).

d) VENENOS DEL CATALIZADOR.-

Existen substancias que a pesar de encontrarse en cantidades extraordinariamente pequeñas, paralizan gradualmente la actividad del catalizador, llegando a destruir su poder absolutamente. Debido a que esta acción es muy similar a la que ejercen los venenos sobre los seres vivos, se les llama venenos del catalizador. Todas las industrias que emplean procesos en los cuales intervienen catalizadores, han visto en muchos casos sus actividades paralizadas debido a las pequeñísimas porciones de estas substancias. Se supone que la acción paralizante de estos venenos es en general más rápida, cuanto más alta es la temperatura. Existen diversas hipótesis para explicar la causa de la inactivación de los catalizadores, algunas veces se supone que las substancias perjudiciales recubren el catalizador e impiden su contacto con los cuerpos reaccionantes; otras veces se combinan con él produciendo compuestos inactivos. En las catalisis heterogeneas en las cuales las reacciones se verifican en la superficie del catalizador, como en el caso de la hidrogenación de aceites, será suficiente que el espesor del veneno sea de una molécula para destruir su acción.

Así como existe en substancias que paralizan la acción del catalizador hay otras que la aceleran, en el caso de la hidrogenación estos son el cobre reducido y el hierro en escasa proporción. Más adelante se verá que el hierro en mayor cantidad es un verdadero veneno.

Los venenos pueden ser transitorios o permanentes, los primeros obstruyen la buena marcha de la reacción, mientras se encuentran presentes pero al ser eliminados, esta continúa sin que el catalizador haya sufrido ninguna disminución en su poder. Los segundos hacen necesaria una total renovación del catalizador. En el níquel reducido se considera transitorio el agua y permanente el ácido sulfhídrico.

En el laboratorio es difícil descubrirlos, algunos disminuyen el poder hidrogenante en un 25% a pesar de encontrarse en una proporción de 0.001%.

Los soportes que se usan en el catalizador lo hacen más resistente a los venenos, al mismo tiempo que aumentan la superficie de contacto.

Se han efectuado pruebas agregando cantidades pesadas de las sustancias consideradas como venenos y ha obtenido los siguientes resultados en la hidrogenación del aceite de algodón:

Catalizador: Niquel reducido en un 5% del peso del aceite.

<u>Venenos</u>	<u>%</u>	<u>Temperatura</u>	<u>Tiempo</u>	<u>Efecto.</u>
Yodo	0.5	200°C	Horas 2	No hidrogenó
Bromo	1.0	"	" 2	" "
Bromuro de an timonio	1.0	"	" 2	" "
Cloruro de sodio	5.0	"	" 2.5	Se hidrogena.
Azufre	0.5	"	" 2.5	Se hidrogena parcialmente.
Fósforo rojo	1.0	"	" 2.0	" "
As ₂ O ₃	1.0	"	" 2.0	No hidrogenó.
Estearato de plomo	1.0	"	" 2.5	" "
Oleato de Pb	1.0	"	" 2.5	" "
Mercurio	1.0	"	" 2.0	Se hidrogena parcialmente.

Otros ensayos se hicieron utilizando 1% de niquel, con piedra pomez pulverizada como soporte, anotándose la actividad original (punto de fusión del aceite, alcanzado en un tiempo determinado). Se repitió la misma prueba agregando al cabo de una hora dos por ciento del veneno sobre el peso del aceite. Periodicamente se sacaban muestras y en ellas se determinaba el índice de yodo, observándose el envenenamiento en la curva hecha con estos índices en función del tiempo transcurrido y utilizando como testigo el primer ensayo. Los resultados fueron:

<u>Substancia agregada.</u>	<u>Efecto on la actividad.</u>
S.	Destruida inmediatamente.
Na ₂ S. 9 H ₂ O.	Destruida gradualmente.
NaCl.	No la destruye ni la retarda.
Na ₂ SO ₄ .	" " " "
NaNO ₃ .	" " " "
NiCl.	" " " "

Uno, otro de los investigadores de los venenos sobre el niquel reducido, siguió también el procedimiento de observar el decrecimiento del índice de yodo después de agregar la sustancia y compararla con un testigo llegando a los siguientes resultados:

La acción se retarda con jabones de K, Na, Li, Mg, Ba, Pb, Hg, Fe, Zn, Cd, y Sn, en cambio, los jabones de Ca, Sr, Al, y Ni no tienen ningún efecto. Los ácidos grasos tales como el oláunico esteárico y oléico según este autor, no influyen en la buena marcha de la operación sin embargo de lo cual en las fábricas se observa que un aumento de la acidez retarda considerablemente la operación. Los metales en polvo como el Fe, Zn, Pb, y la adición

ción de Hg, paralizaban la actividad del catalizador. Todos los alcaloides, el KCN, la amígdalina y el aceite de arenque son venenos poderosos.

De entre los gases destruyen el catalizador inmediatamente el sulfhídrico H_2S , el SO_2 , y el Cl_2 . El vapor de agua destruye la acción gradualmente. El monóxido de carbono retarda la hidrogenación considerablemente. Maxted llevo a cabo experiencias con mezclas de este último gas he hidrogenó usando 10 g. de aceite de algodón y 0.1 g. de níquel. Se anotó la absorción de hidrógeno una hora después de estar hidrogenando.

Resultados:

% de CO	Absorción.
0.0	584.5 c.c.
0.25	393.9 c.c.
0.5	309.6 c.c.
1.0	235.2 c.c.
2.0	158.8 c.c.

Según este investigador, solamente las cantidades pequeñas de este gas retardan la acción, las mayores de 0.25 son verdaderos venenos. Esta determinación la he repetido obteniendo resultados $\frac{3}{4}$ más bajos.

Si la temperatura se mantiene durante la hidrogenación arriba de $200^{\circ}C$, se supone que se evita en gran parte la acción de este veneno por no poder formarse a esta temperatura el níquel carbonilo.

Por último, Sosenski sostiene y es fácil comprobarlo que la parte de níquel que sobrenada en el aceite y no se asienta con facilidad, debe eliminarse por estar envenenada, la parte que se sedimenta puede ser usada de nuevo agregándole un poco de catalizador nuevo, en realidad esto es lo que se hace en las plantas lográndose en esta forma hacer mas larga la vida del catalizador. Da buen resultado hidrogenar con catalizador viejo hasta obtener un cierto grado de endurecimiento, con lo cual en esta primera parte se absorven todos los venenos por el catalizador usado y despues agregar una porción de níquel recién preparado, hasta terminar la operación.

Las tablas siguientes tienen un valor práctico muy grande. Los datos que en ellas se contienen fueron extraídos de 240 hidrogenaciones efectuadas por mí. Son más importantes que todas las experiencias de laboratorio porque en cada caso se refieren a operaciones con 4 toneladas de aceite y utilizando el aparato industrial para hidrogenación

Cuando yo entre a trabajar en la planta, se cometían gran número de errores por la falta de un químico y un laboratorio, he escogido las hidrogenaciones malas, para indicar después la causa del error, prescindiendo pues, de poner la mayor parte de las hidrogenaciones buenas (228) para poder mostrar los errores que al principio se cometen.

El informe diario del laboratorio que hice desde el principio — fué el factor más importante para descubrir estos, al poder controlar por medio de él todo el proceso: desde que entra a la fábrica el aceite crudo, hasta que el producto hidrogenado sale de ella.

Todos los datos sobre límites de impurezas contenidas en aceite, hidrógeno, etc. fueron determinados mediante esta experimentación y no se encuentran en ningún libro de la materia.

-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-
-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-o-

oooooo
oooo
oo
o

HIDROGENACION N° 1.ACEITE DE ALGODON

Aceite crudo.- Acidez en oleico. 2.2% Pérdida por refinación 7.6%
 Aceite refinado. Acidez en oleico. 0.1% Color A-20 R- 3.6
 Alcalinidad de las aguas del último lavado. Negativa.
 Análisis del hidrógeno - CO₂ 0.1 - CO. 0.1 O₂ 0.0 H₂S-0.0
 Catalizador 30 Kg. Tiempo de hidrogenación 10 horas.
 Temperatura máxima alcanzada 180°C
 Hidrogenado - Acidez 0.25% P. fusión 60.2°C Color A.18 R 2,7
 Observaciones - Tiempo de hidrogenación largo, debido al exceso de acidez -
 en el aceite refinado, por no agitar en frío el suficiente tiempo el acei-
 te crudo con la sosa al efectuar la refinación.

HIDROGENACION N° 5.ACEITE DE AJONJOLI.

Aceite crudo.- Acidez en oleico. 1.2% Pérdida por refinación 3.2%
 Aceite refinado. Acidez en oleico. 0.05% Color A-10 R- 1.8
 Alcalinidad de las aguas de lavado. Ligeramente positiva.
 Análisis del hidrógeno - CO₂ 0.2% - CO 0.1% - O₂ 0.0 - H₂S 0.0
 Catalizador 35 Kg. Tiempo de hidrogenación 11 horas.
 Temperatura máxima alcanzada 181°C
 Hidrogenado - Acidez 0.21% P. de fusión 59.1 Color A.10 R 0.9
 Observaciones.- Tiempo de hidrogenación largo, debido a la pequeña canti-
 dad de "Soap Stock" que el aceite tenía como se demuestra por la alcalini-
 dad de las aguas de lavado.

HIDROGENACION N° 9.ACEITE DE ALGODON.

Aceite crudo.- Acidez en oleico 3.2% Pérdida por refinación 8.2%
 Aceite refinado. Acidez en oleico 0.05% Color A-20 R.4
 Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.
 Análisis del hidrógeno - CO₂ 0.1% - CO - 0.3% - O₂ 0.2% H₂S-0.0%
 Catalizador 30 kg. Tiempo de Hidrogenación - 10.5 horas.
 Temperatura máxima alcanzada 178°C
 Hidrogenado - Acidez 0.26% P. de fusión 50.4°C Color A.17 r-3.2
 Observaciones.- Tiempo de hidrogenación largo, debido al mal trabajo del -
 aparato productor del gas que contenía O₂ y CO en mayor cantidad de la de-
 bida.

HIDROGENACION N° 36.ACEITE DE AJONJOLI.

Aceite crudo.- Acidez en oleico 0.9 Pérdida por refinación 4.8%
 Aceite refinado. Acidez en oleico 0.04 Color A-10 R 1.5
 Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.
 Análisis del hidrógeno - CO₂ 0.1% - Co 0.1% O₂ 0.0% H₂S 0.0%
 Catalizador 30 Kg. Tiempo de hidrogenación - 7.5 horas
 Temperatura máxima 200°C
 Hidrogenado.- Acidez 0.23% P. de fusión 61.2°C color A.15 R 3,2
 Observaciones.- Color notablemente aumentado, por no haber dejado enfriar
 el hidrogenado el tiempo suficiente, antes de pasarlo al "roll".-

HIDROGENACION N° 47.ACEITE DE ALGODON.

Aceite crudo.- Acidez en oleico 4.2% Pérdida por refinación 10.2%
 Aceite refinado. Acidez en oleico 0.05% Color A-20 R 4.1
 Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.

Análisis del hidrógeno - CO_2 - 0.2% - CO 0.1% - O_2 0.0% - H_2S 0.0%

Catalizador 28 kg. Tiempo de hidrogenación 14 horas.

Hidrogenado acidez 0.26% P. de fusión 60.1% Color A.18 R-3.2

Observaciones.- Hasta esta hidrogenación no había habido necesidad de determinar la humedad del hidrogeno, cuando posteriormente se analizó el gas se encontró que tenía 0.1%, debido a no haber renovado a tiempo las cajas secadoras del gas, esto dió como resultado un tiempo muy largo de hidrogenación.- Hechas pruebas por mí en el laboratorio con gas de distintos grados de humedad, el límite máximo para obtener un buen resultado fué de 0.02% como máximo.

HIDROGENACION N° 87

ACEITE DE COCO.

Aceite crudo.- Acidez en oléico 7.1% Pérdida por refinación 13.6%

Aceite refinado. Acidez en oléico 0.06% Color A-10 R.3.5.

Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.

Análisis del hidrógeno - CO_2 0.2% - CO 0.1% - O_2 0.0% - H_2S 0.0%

Humedad - 0.01%. Catalizador 30Kg. de catalizador ya usado.

Tiempo de hidrogenación 4 horas. Temperatura máxima 195°C

Hidrogenado- Acidez 0.28% P. de fusión 42.1°C Color A-10 R.2.8.

Observaciones.- Una buena hidrogenación parcial

HIDROGENACION N° 91

ACEITE DE AJO LI

Aceite crudo.- Acidez en oleico - 1.4% Pérdida por refinación 8.2%

Aceite refinado. Acidez en oléico 0.04% Color A-11 R.-1

Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.

Análisis del hidrógeno - CO_2 0.2% - CO 8.1% - O_2 0.0% - H_2S 0.1%

Humedad 0.01%. - Catalizador 30 kg. Temperatura máxima - 183°C

Tiempo de hidrogenación - 17.5 horas

Análisis del hidrogenado.- Acidez 0.20% P. de fusión 57.4°C

Color A.10 R 0.6

Observaciones.- Hidrogenación lenta, no se alcanzo el punto de fusión deseado. El H_2S se produjo al utilizar en el aparato generador de hidrógeno, hierro que no se encontraba suficientemente calentado, conteniendo las primeras porciones recogidas este gas.

HIDROGENACION N° 100.

ACEITE DE AJONJOLI

Aceite crudo.- Acidez en oléico 1.8% Pérdida por refinación 10.2%

Aceite refinado. Acidez en oléico 0.04% Color A-10 R-1.2

Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.

Análisis del hidrógeno.- CO_2 0.1% - CO 0.1% - O_2 0.0% - H_2S 0.0%

Humedad 0.01% Catalizador 31 Kg.

Tiempo de hidrogenación 7 horas. Temperatura máxima 202°C

Análisis del hidrogenado.- Acidez 0.23% Punto de fusión 61.4%

Color A.10 R.0.8

Observaciones.- Una buena hidrogenación hubo necesidad de enfriar el convertidor por que la temperatura tendía a seguir subiendo.

HIDROGENACION N° 102

ACEITE DE ALGODON.

Aceite crudo.- Acidez en oléico - 3.3% Pérdida por refinación 12.4%

Aceite refinado. Acidez en oléico 0.04% Color A.20 R.3.3

Alcalinidad de las aguas de lavado.- Negativa.

Análisis del hidrogeno - CO_2 0.0 - CO 0.1% - O_2 0.0% - H_2S 0.0%

Humedad 0.01% Catalizador 30 Kg.

Tiempo de hidrogenación 7.5 horas. Temperatura máximo 200°C

Hidrogenado - Acidez 0.26 Punto de fusión 61.8°C Color A -16 R.2.5

Observaciones.- Las mismas que las de la hidrogenación N° 100

INFORME LIARIO DEL LABORATORIO.

Partida N° Fecha Clase

ACEITE CRUDO

Peso en Kg. Acidez en ácido oléico %

Pérdida por refinación en laboratorio

" " " " fábrica

Refinación efectuada con sosa de Be. Kgs.

ACEITE REFINADO

Acidez en ácido oléico % Humedad %

Color A R Alcalinidad de las aguas del último lavado %

ANALISIS DEL HIDROGENO

CO₂ % CO % O₂ % H₂S

CANTIDAD DE CATALIZADOR NUEVO, EMPLEADO Kg.

Cantidad de hidrógeno gastado Kgs.

Gramos de hidrógeno por Kg. de aceite

Tiempo de Hidrogenación

Temperatura máxima alcanzada durante la hidrogenación

ANALISIS DE HIDROGENADO:

Acidez en oléico % Refracción a 70°C

Punto de fusión °C Color A R

NOTAS:

Por medio de este informe, además de tener el químico una serie de datos útiles para poder mejorar su producción, puede fácilmente descubrir, - en caso de obtener un producto de baja calidad o bien una larga operación, en que consistió el error.

INFORME DIARIO DEL LABORATORIO.

Partida N° Fecha Clase

ACEITE CRUDO

Peso en Kg. Acidez en ácido oléico %

Pérdida por refinación en laboratorio

" " " " fábrica

Refinación efectuada con sosa de Be. Kgs.

ACEITE REFINADO

Acidez en ácido oléico % Humedad %

Color A R Alcalinidad de las aguas del último lavado %

ANALISIS DEL HIDROGENO

CO₂ % CO % O₂ % H₂S

CANTIDAD DE CATALIZADOR NUEVO, EMPLEADO Kg.

Cantidad de hidrógeno gastado Kgs.

Gramos de hidrógeno por Kg. de aceite

Tiempo de Hidrogenación

Temperatura máxima alcanzada durante la hidrogenación

ANALISIS DE HIDROGENADO:

Acidez en oléico % Refracción a 70°C

Punto de fusión °C Color A R

NOTAS:

Por medio de este informe, además de tener el químico una serie de datos útiles para poder mejorar su producción, puede fácilmente descubrir, - en caso de obtener un producto de baja calidad o bien una larga operación, en que consistió el error.

	ACEITE ACIDEZ	REFINADO COLOR	H I D R O G E N O					CATALI ZADOR.	TIEMPO Y TEM PERATURA.	H I D R O G E N A D O.			NOTAS.
			CO ₂	CO	O ₂	H ₂ S	H			ACIDEZ	P.FUSION	COLOR	
150 Algodón.	0.08%	A.15 R.3.7	0.1	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	10hs.-193°	0.24%	60.1°C	A.15-R2.6	Nº 1
158 Algodón.	0.04%	A.20 R.3.0	0.1	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	6.5hs. 205°	0.26%	61.4°C	A.20-R2.0	Buena
166 Ajonjolif	0.05%	A.10 R.1.8	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	28 Kg.	7 hs. 200°C	0.25%	61.5°C	A.10 R0.9	Buena
187 Coco	0.05%	A.11 R.3.4	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	58 Kg. Viejo.	4.2Hs 192°	0.26%	43.4°C	A.10 R2.8	Buena
190 Ajonjolif	0.06%	A.10.2 R20	0.1	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	10hs.-198°	0.23%	60.2°C	A.10 R1.4	Nota 2.
194 Algodón	0.06%	A.20.1 R32	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	32 Kg.	6.5hs 210°C	0.26%	61.8°C	A.18 R2.8	Buena
196 Ajonjolif	0.05%	A.11 R.2.0	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	6.9hs 205°	0.24%	61.6°C	A.10 R1.4	Buena
200 Ajonjolif	0.04%	A.10 R.2.0	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	21hs. 178°	0.23%	56.4°C	A.12 R2.0	Nota 3.
205 Coco	0.05%	A.12 R.3.2	0.1	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg. Viejo	4 hs. 189°	0.23%	42.3°C	A.10 R2.4	Buena
210 Algodón	0.06%	A.20 R.3.6	0.1	0.1	0.0	0.0	% 0.01	30 Kg.	6 hs. 209°	0.26%	62.0°C	A.15 R2.6	Buena
230 Ajonjolif	0.05%	A.10 R.1.4	0.2	0.1	0.0	0.0	% 0.01	31 Kg.	7 hs. 208°	0.25%	61.6°C	A.10 R0.8	Buena

NOTAS.- 1.- Esto determina que la acidez no debe ser mayor de 0.06%. 2.- Aceite ligeramente envenenado, como se comprobó posteriormente. Los operarios descuidaron el limpiar la tubería por la que debía de pasar y que contenía "Soap Stock". 3.- A pesar de estar el aceite y el hidrógeno en buenas condiciones la hidrogenación resultó mala. Hecha la investigación en el laboratorio hidrogenando el aceite con el mismo catalizador y usando después otro se vino a descubrir que aquel había sido manejado por un operario con las manos sucias y no usando un ucharon como lo tenían indicado.-

CONCLUSIONES.

- 1.- La hidrogenación de aceites es una operación muy delicada, que requiere un control químico constante.
- 2.- Todas las sustancias que se ponen en contacto con el catalizador (aceite, hidrógeno, tierra fuller), deben ser previamente analizadas y nunca se recomendará bastante el no iniciar la operación hasta no estar absolutamente seguro de su pureza.
- 3.- Debe dársele incremento en México a la manufactura de manteca a partir de aceites parcialmente hidrogenados, por ser de mejor calidad y más estable que la obtenida por mezclas de hidrogenados de alto punto de fusión y otros aceites.
- 4.- Es necesario que cada planta cuente con un químico y un buen laboratorio, para no sufrir demoras en la producción y obtener hidrogenados de buena calidad.

BIBLIOGRAFIA.

Hydrogenation.- C. Ellis.-

Catalytic Hydrogenation With Nickel.- R. Thomas.-

Vegetable Fats and Oils.- Jamieson.-

Catalisis Química.- Eduardo Victoria.-

The Manufacture of Pure Hydrogen and the Catalytic Hydrogenation of
Oils.- D.E. Maxted.-

Hardened Fat Manufacture.- F. Andrews.-

Química General.- E. Calvet.-

Métodos Oficiales y Tentativas del A.O.A.C.-