

Transformación y agroindustria

Artículo de investigación científica y tecnológica

Incremento de la temperatura en el punto de fusión de bioceras producidas por hidrotreamiento de aceite de palma usando cristalización sin solvente

Increase in the melting point temperature of bio-waxes produced from palm oil hydrotreated by solvent-free crystallization

 Andrés Fernando Ramírez Quintero ¹  Debora Alcida Nabarlatz ¹
 Carlos Jesús Muvdi-Nova ¹  Laura Liliana Garzón Fuentes ²
 Cristian Jahir Murillo-Méndez ¹  Luis Javier López-Giraldo ^{1*}

¹ Universidad Industrial de Santander, Bucaramanga, Colombia.

² Centro de Innovación y Tecnología-ICP, Piedecuesta, Colombia.

* Autor de correspondencia: Luis Javier López-Giraldo, Universidad Industrial de Santander, carrera 27 con calle 9, Ciudad universitaria, edificio 24, oficina 218, Bucaramanga, Colombia.
ljlopez@uis.edu.co

Recibido: 30 de noviembre de 2021

Aprobado: 18 de octubre 2022

Publicado: 29 de enero 2023

Editor temático: Jorge Velásquez Cock, Universidad Pontificia Bolivariana (UPB), Medellín, Colombia.

Para citar este artículo: Ramírez Quintero, A. F., Nabarlatz, D. A., Muvdi-Nova, C. J., Garzón Fuentes, L. L., Murillo-Méndez, C. J., & López-Giraldo, L. J. (2023). Incremento de la temperatura en el punto de fusión de bioceras producidas por hidrotreamiento de aceite de palma usando cristalización sin solvente. *Ciencia y Tecnología Agropecuaria*, 24(1), e2839. DOI https://doi.org/10.21930/rcta.vol24_num1_art:2839

Resumen: actualmente, se están produciendo ceras por hidrotreamiento de aceite de palma, sin embargo, los productos obtenidos no siempre alcanzan las condiciones de punto de fusión y dureza requeridas por la industria cosmética. Debido a esta problemática, el interés de este trabajo fue evaluar un proceso de cristalización sin solvente con el objetivo de incrementar la temperatura de fusión y los rendimientos máxicos de la biocera, acercándolos a los intervalos de los valores de las propiedades fisicoquímicas que requiere el mercado. Para cumplir con este propósito, se determinó el rango operativo de la temperatura de cristalización por calorimetría diferencial de barrido (DSC) y difracción de rayos X (DRX). Una vez conocidos los puntos de cristalización, se procedió a calentar la muestra hasta los 50 °C y seguidamente se realizó un enfriamiento controlado hasta que la biocera 1 alcanzara los 40 °C para y de 30 °C para la biocera 2, y a estas temperaturas se consiguieron dos fracciones (líquida y sólida). Las fracciones sólidas presentaron un incremento en la temperatura de fusión de 47 °C a 49 °C para la biocera 1, y de 45 °C a 47 °C para la biocera 2. El proceso de cristalización no separó las diferentes familias de compuestos presentes en las bioceras, por lo que no se evidenciaron cambios significativos en los parámetros índice de acidez, saponificación y yodo. Además, futuras investigaciones en otras técnicas de refinación complementarias a la cristalización, como neutralización y decoloración, permitirán a la biocera de palma cumplir con los criterios de calidad internacionales para ser utilizada como ingrediente en las industrias cosmética y farmacéutica.

Palabras clave: aceites vegetales, fraccionamiento, DRX, DSC, índice de acidez, índice de saponificación, cristalización.

Abstract: Currently, different waxes are being developed by hydrogenation of palm oil. However, the products obtained do not reach the melting point and hardness conditions required cosmetic industry. Therefore, this article evaluated a solvent-free crystallization process to increase the melting temperature and the mass yields of the bio-wax required to meet the market specifications. The operating temperature range was determined by DSC and X-ray diffraction. Once the crystallization points were known, the sample was heated to 50 °C and then cooled to 40 °C for bio-wax 1 and 30 °C for bio-wax 2; at this temperature two fractions (liquid and solid) were obtained. Following this procedure, a solid fraction was obtained with an increase in the melting point from 47 °C to 49 °C for bio-wax 1 and from 45 °C to 47 °C for bio-wax 2. The crystallization process does not separate the different families of compounds in the bio-wax fractions, so there are not significant changes in the acidity, saponification and iodine index parameters. Future research on other complementary refining techniques such as neutralization and bleaching, will allow bio-wax reach international quality criteria for cosmetic and pharmaceutical industries.

Keywords: acid number, crystallization, DSC, fractionation, vegetable oils, XRD, saponification number.



Introducción

Las ceras son ingredientes que se adicionan a formulaciones cosméticas o farmacéuticas (Robles, 2011), las cuales se pueden clasificar como naturales, minerales y sintéticas (Fei & Wang, 2017; Pirow et al., 2019). Las ceras sintéticas obtenidas del petróleo constituyen la principal fuente de ceras en el mercado mundial (Saji, 2020), sin embargo, el agotamiento de las reservas de petróleo y las fluctuaciones de su precio han impulsado la búsqueda de alternativas sostenibles para su producción (Yadav et al., 2020). En este sentido, los aceites vegetales son una fuente promisoría para la producción de ceras biodegradables y sustentables (Alam et al., 2014).

El aceite de palma (*Elaeis guineensis*) es el aceite vegetal de mayor producción en el mundo (Lye Chew et al., 2021), dado que puede producir hasta 8 ton de aceite/hectárea-año en algunas regiones, sin embargo, el promedio actual de rendimiento en Indonesia está en 3,3 ton de aceite/hectárea-año (Hariyadi, 2020). Esta productividad es mucho mayor cuando se la compara con otras oleaginosas como la semilla de soya (0,4 ton/hectárea-año) y la semilla de girasol (0,5 ton/hectárea-año) (Hariyadi, 2020). Además de su mayor productividad, la palma también tiene la mayor vida productiva, superando los 25 años (Woittiez et al., 2017) y un bajo costo USD 169/ton (Hariyadi, 2020). En Colombia, la palma se encuentra sembrada en 161 municipios y genera 185.000 empleos (Fedepalma, 2022), lo que confirma el interés en esta materia prima.

El proceso de extracción del aceite a partir de los frutos de palma comprende diferentes etapas en las que se utilizan elevadas temperaturas, entre las que se encuentra digestión, prensado y clarificación, entre otras. Además, del fruto de la palma se puede obtener aceite del mesocarpio y de la almendra. Al igual que otros aceites utilizados para consumo humano (Pratik & Surekha, 2018) o aplicaciones industriales como producción de biodiesel (Dey et al., 2021), el aceite de palma es sometido a procesos como neutralización, desgomación, blanqueamiento y desodorización, donde la suma de estos cuatro pasos es conocida como el proceso de refinación (Pratik & Surekha, 2018) y el aceite refinado recibe el nombre de aceite de palma RBD (refinado, blanqueado y desodorizado).

Previamente, se reportó que el hidrotatamiento de aceite de palma puede ser usado para la producción de bioceras (Fei & Wang, 2017; Gunawan & Suhendra, 2008; Lee, 2008; Susanto et al., 2014), el cual tiene varias ventajas: bajos costos de procesamiento y bajo consumo de energía en los procesos de separación de los productos de reacción (Zikri & Aznury, 2020). Para este proceso, se inyecta hidrógeno a 4-9 MPa en presencia de catalizadores heterogéneos de NiMo/Al₂O₃ a temperaturas entre 280 °C y 380 °C (Susanto et al., 2014). Según Guzmán et al. (2010), la biocera obtenida por hidrotatamiento del aceite de palma está compuesta por ácidos grasos, parafinas, alcoholes cerosos, ésteres cerosos y glicéridos, donde de estas familias, la biocera puede contener hasta un 40 % en peso de compuestos livianos como los ácidos grasos libres y las parafinas (Guzmán et al., 2010), elementos que no le permiten alcanzar los valores de punto de fusión y dureza requeridos por estándares de calidad (Icontec, 1988).

Por su parte, los procesos convencionales de separación utilizados a nivel industrial, como la destilación a presión atmosférica o la destilación a presión reducida, no permiten la remoción individual de parafinas y ácidos grasos de las ceras; por otro lado, el proceso de cristalización sin

solventes sí permite obtener ceras sintéticas con un promedio de 30 carbonos, con remoción de hasta el 50 % en peso de los alcanos de bajo punto de fusión (Kuszlik et al., 2010). Además, los procesos de cristalización para la producción de ingredientes cosméticos y farmacéuticos han logrado mejoras significativas en características como distribución de tamaño de cristales, forma polimórfica, morfología y pureza, entre otras (Gao et al., 2017).

A pesar de que los procesos de cristalización han sido ampliamente empleados previamente en ceras sintéticas (Edwards, 1957; Ferris & Cowles, 1945; Louanate et al., 2020), no se encuentran reportes en los que se analicen los resultados de caracterización por DSC o DRX de bioceras obtenidas del aceite de palma, información que es clave a la hora de seleccionar las temperaturas a las cuales se deben desarrollar los procesos de cristalización con el fin de aumentar los rendimientos de refinación, por lo tanto, el objetivo de esta investigación es aumentar la temperatura de fusión de dos muestras de biocera de palma utilizando un proceso de cristalización sin solvente y describir los resultados. Para ello, se realizó la caracterización fisicoquímica de las bioceras crudas y las fracciones obtenidas en el proceso de cristalización, así como el análisis de calorimetría diferencial de barrido (DSC), difracción de rayos X (DRX), punto de fusión y pruebas titulométricas.

Materiales y métodos

Materias primas

Las dos muestras de biocera de aceite de palma utilizadas en esta investigación fueron suministradas por el Instituto Colombiano del Petróleo (ICP).

Tabla 1. Composición de las muestras de biocera de palma

Muestra	Parafinas (% p)	Ácidos grasos (% p)	Alcoholes grasos (% p)	Ésteres cerosos (% p)	Mono/diglicéridos (% p)	Triglicéridos (% p)
Biocera cruda 1	17,63	13,27	8,65	25,41	1,6	33,45
Biocera cruda 2	9,13	6,89	3,52	16,91	4,97	58,77

Fuente: Elaboración propia

Las dos muestras se obtuvieron por hidrotreamiento de aceite de palma refinado RBD a diferentes condiciones operacionales. Para determinar la composición de las familias químicas presentes en las dos muestras, se utilizó cromatografía de gases según la metodología ASTM D2425-17. Las composiciones de las dos muestras se presentan en la Tabla 1.

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

El análisis de calorimetría diferencial de barrido se realizó utilizando un equipo TA Instruments (modelo Discovery) y el análisis DSC se realizó en atmósfera de nitrógeno desde -80 °C hasta 100 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min. Posteriormente, la muestra se enfrió desde 100 °C hasta -80 °C con una velocidad de enfriamiento de 10 °C/min, y, finalmente, se calentó desde -80 °C hasta 500 °C, con una velocidad de calentamiento de 10 °C/min (Kuszlik et al., 2010).

Difracción de rayos X (DRX)

El análisis DRX se realizó utilizando un equipo Bruker D8 Advance con geometría DaVinci, un voltaje de 40 kV, una corriente de 40 mA y una rendija de divergencia de 0,6 mm, con el cual se realizaron mediciones a 25 °C y 50 °C para la biocera 1, y a 25 °C y 35 °C para la biocera 2 (Kuszlik et al., 2010).

Punto de fusión

Para la determinación del punto de fusión de las muestras de biocera se utilizó el equipo Hanon MP-420, de acuerdo con la metodología de la norma NTC 213 y se determinó el promedio entre las temperaturas de fusión inicial y final.

Pruebas titulométricas

Las pruebas de caracterización titulométricas realizadas se presentan en la tabla 2.

Tabla 2. Metodologías utilizadas para pruebas caracterización titulométricas

Tipo de análisis	Metodología
Índice de acidez	NTC 218
Índice de saponificación	NTC 335
Índice de yodo	NTC 283
Índice de peróxido	NTC 236

Fuente: Elaboración propia

Cristalización sin solvente

Las temperaturas de cristalización se determinaron previamente a partir de los análisis DSC, siendo de 40 °C para la biocera cruda 1 y de 30 °C para la biocera cruda 2. El cristizador se conformó por un vaso de vidrio equipado con una chaqueta de calentamiento, un termómetro y un sistema de agitación. En este se cargaron 10 g de la muestra de biocera y se calentó hasta los 70 °C. Después se disminuyó la temperatura a una velocidad de 1 °C/min hasta alcanzar la temperatura de cristalización (40 °C para la biocera cruda 1 y 30 °C para la biocera cruda 2), manteniendo la disminución constante durante una hora. Posteriormente, la muestra se

centrifugó a 8000 rpm durante 20 min y las fracciones (líquida y sólida) obtenidas fueron separadas por decantación y pesadas por separado. Para la determinación del rendimiento de la fracción sólida (en porcentaje) se utilizó la siguiente ecuación:

$$Y_i = \frac{W_i \times 100}{W_T} \quad (\text{ecuación 1})$$

Donde Y_i es el rendimiento másico (en porcentaje) de la fracción sólida, W_i son los gramos de fracción sólida obtenidos en el experimento i y W_T es el peso de biocera cruda (en gramos).

Resultados y discusión

Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

En la figura 1 se muestran las curvas de calentamiento (línea en color azul) y enfriamiento (línea en color verde) para el análisis de calorimetría diferencial de barrido de las muestras de biocera cruda de palma. La principal diferencia entre las muestras es que la biocera cruda 2 presenta múltiples picos endotérmicos antes del punto fusión (esos picos también aparecen en la curva de enfriamiento para la misma muestra). Kuszlik et al. (2010) encontraron la presencia de más de un pico endotérmico para muestras de ceras parafínicas macrocristalinas y explicaron este comportamiento por la presencia de transiciones de fase sólido-sólido. Durante el proceso de enfriamiento, inicialmente se forma una fase- α con mayor espaciamiento entre moléculas y a continuación se obtiene una fase ortorrómbica con menor espaciamiento (Kuszlik et al., 2010). El cambio entre las dos fases sólidas cristalinas se ve reflejado en las curvas DSC como un pico endotérmico posterior a la transición líquido-sólido durante el enfriamiento. Para la muestra de biocera 2, en el proceso de enfriamiento estos dos picos se forman a 24,10 °C y 2,56 °C.

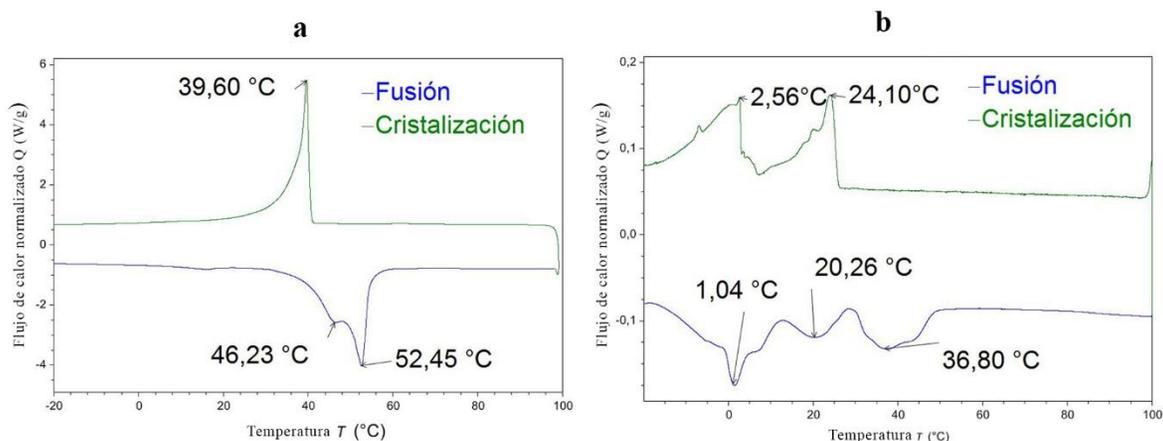


Figura 1. Termogramas DSC para las muestras de biocera a 10 K/min en atmósfera de nitrógeno (a: biocera 1 y b: biocera 2)

Fuente: Elaboración propia

De igual forma, Agarwal y Sarviya, (2017), reportan que durante el enfriamiento se presentaron dos fases sólidas cristalinas en la curva DSC de enfriamiento, mientras que al realizarse el proceso inverso de calentamiento también se presentaron dos picos, pero en esta ocasión exotérmicos (Agarwal & Sarviya, 2017). Sato (2018) explica que este polimorfismo es una propiedad característica de la cristalización de grasas, aceites y ceras, donde dependiendo de la composición y el tipo de triglicéridos pueden presentarse entre dos y cinco fases sólidas cristalinas distintas (Sato, 2018).

La muestra de biocera cruda 1 tiene un índice de yodo ($6,3 \text{ g I}_2/100 \text{ g}$) menor que la muestra de biocera cruda 2 ($49,02 \text{ g I}_2/100 \text{ g}$), donde esta diferencia es muy importante porque sugiere que la biocera cruda 1 tiene un mayor contenido de familias químicas con enlaces saturados (por ejemplo: triglicéridos). Sato (2018) reportó que para la cristalización de triglicéridos saturados como la tripalmitina se presentan normalmente tres fases cristalinas polimórficas conocidas como α , β' y β , y su formación depende de factores como temperatura, presión, solvente, velocidad de cristalización, impurezas, etc. Resultados similares fueron encontrados por Larsson (1966), quien halló las tres fases (α , β' y β) en la cristalización de la monoestearina.

Las insaturaciones presentes en la muestra de biocera cruda 2 ($49,02 \text{ g I}_2/100 \text{ g}$) pertenecen a diferentes familias insaturadas, incluyendo a los ácidos grasos. Bayés-García et al. (2020) encontraron que para los ácidos grasos se pueden presentar hasta cinco fases sólidas cristalinas diferentes: α , γ , β' , β_1 y β_2 . Este comportamiento no se observa para la muestra de biocera cruda 1, donde la curva DSC de enfriamiento tiene un pico bien definido con un máximo en $39,6 \text{ }^\circ\text{C}$.

Según el análisis DSC, para la muestra de biocera cruda 1 no hay cambios de fase posterior a la cristalización, por lo que cualquier temperatura de cristalización inferior a $39,6 \text{ }^\circ\text{C}$ permitirá obtener el mismo resultado de separación. Por otro lado, para la muestra de biocera cruda 2, el análisis DSC muestra que existen diferentes picos endotérmicos que sugieren cambios de una fase cristalina a otra durante el proceso de enfriamiento. En la misma figura 1b se aprecia que existen dos zonas de cristalización bien definidas (zona 1 de $25 \text{ }^\circ\text{C}$ a $5 \text{ }^\circ\text{C}$, y zona 2 de $5 \text{ }^\circ\text{C}$ a $-20 \text{ }^\circ\text{C}$); además, el intervalo de cristalización de ambas zonas es lo suficientemente amplio para llevar a cabo procesos de cristalización diferenciados.

Según los resultados presentados por Kuszlik et al. (2020), es recomendable iniciar el proceso de cristalización en los puntos máximos de la curva endotérmica, que para este caso en particular serían de $24,10 \text{ }^\circ\text{C}$; a esta temperatura los resultados sugieren que se logra una mayor separación de los compuestos de menor peso molecular que, a temperatura ambiente, están en forma líquida como los ácidos grasos y las parafinas.

Difracción de rayos X (DRX)

Para nuestro caso, los resultados de difracción de rayos X para las dos muestras de biocera se presentan en la figura 2 y en la investigación se encontró que Bayés-García et al. (2020) hallaron que para triglicéridos sólidos formados por combinaciones del ácido esteárico se forman dos estructuras ortorrómbicas intermedias β_1 y β_2 , que son muy parecidas en sus patrones de difracción. Este mismo comportamiento se evidenció para la muestra de biocera cruda 1 a $25 \text{ }^\circ\text{C}$, la cual presentó picos para ángulos $2\theta = 21,1$ grados y $2\theta = 23,3$ grados.

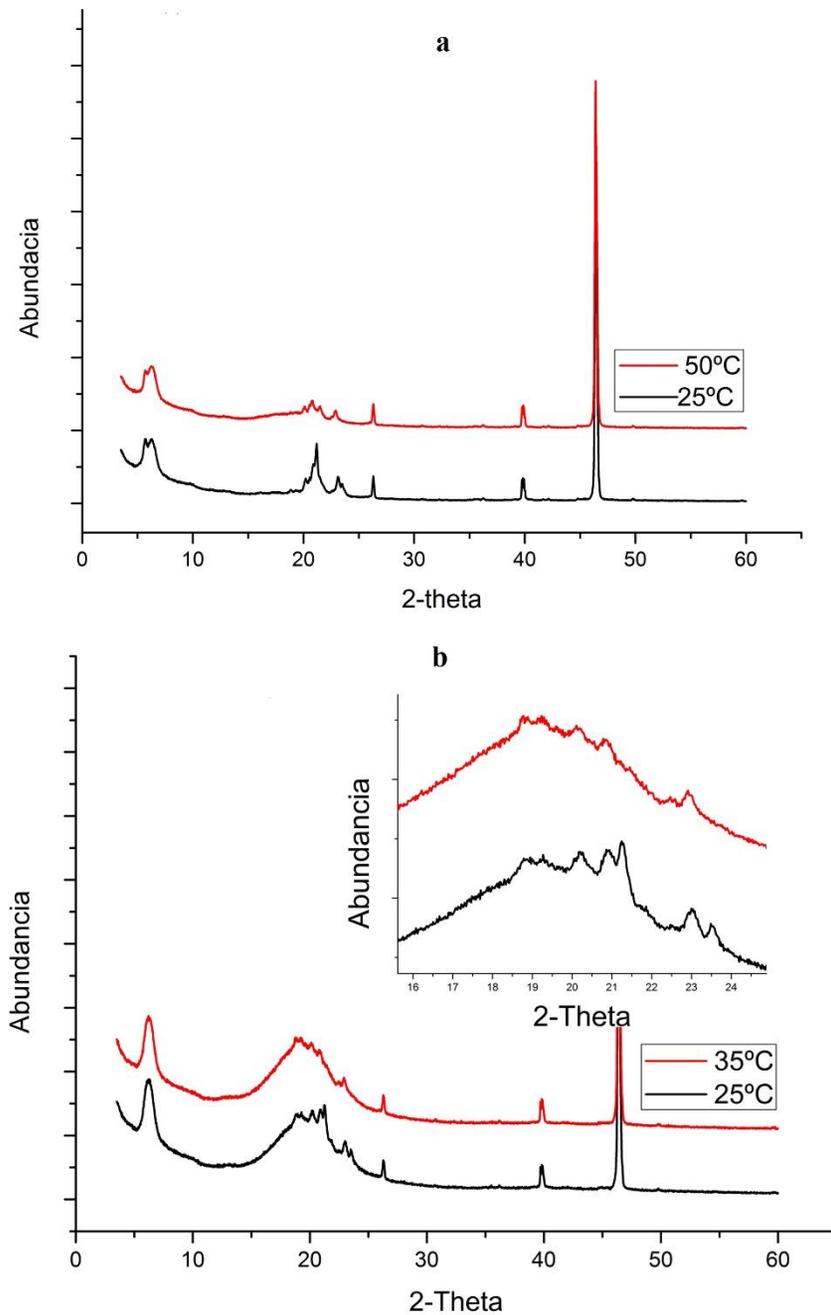


Figura 2. Difracción de rayos X para las muestras de biocera de palma (a: biocera 1 y b: biocera 2)

Fuente: Elaboración propia

En cera de abejas, Basson y Reynhardt (1988) reportaron que para los ángulos 2θ entre 18 y 25 grados son explicados por las refracciones de los planos 110 y 200 de una estructura β' 1 (ortorrómbica), formadas por triglicéridos con cadenas de ácidos grasos saturados.

Para la biocera cruda 1, a 50 °C el pico de reflexión a $2\theta = 23,3$ grados se mantiene, pero el pico a $2\theta = 21,1$ grados se divide en $2\theta = 20,4$ grados, $2\theta = 21,0$ grados y $2\theta = 21,6$ grados. Para triglicéridos sólidos formados por combinaciones del ácido esteárico, Bayés-García et al. (2020) encontraron el aumento del número de picos en el patrón de difracción para ángulos 2θ entre 18 y 23 grados. Kellens et al. (1990) explican que el aumento en el número de picos de difracción indica un aumento de la asimetría en la estructura cristalina, evidenciando el cambio de fase desde β^1 hasta β^2 .

En la muestra de biocera cruda 2 se observa que a 25 °C están presentes las fases α (con un pico en $2\theta = 21,1$ grados) y la fase γ (con los picos en $2\theta = 19$ grados y $2\theta = 23$ grados). Al igual que lo reportado por Bayés-García et al. (2020) y Sato (2018) para muestras que contienen triacilglicéridos con mezclas de ácidos grasos saturadas e insaturadas, ya que durante el calentamiento hasta 35 °C decae la intensidad de la fase α y aumenta la intensidad de los picos asociados a la fase γ .

Cristalización

En la tabla 2 se observa la caracterización de las fracciones obtenidas después de realizar el proceso de cristalización sin solvente de las muestras de biocera estudiadas. El fraccionamiento permitió aumentar el punto de fusión de la fracción sólida obtenida para la muestra de biocera cruda 1 desde 47 °C hasta 49 °C, mientras que para la muestra de biocera cruda 2 fue desde 45 °C hasta 47 °C. Las fracciones líquidas obtenidas tienen puntos de fusión mucho menores que las bioceras crudas y a pesar de que la cristalización permitió aumentar la temperatura de fusión en las fracciones sólidas, esta no tuvo efecto sobre los otros parámetros: índice de acidez, índice de saponificación, índice de yodo o índice de peróxido (tabla 3).

Estos resultados sugieren que las fracciones obtenidas durante la cristalización están compuestas por las mismas familias químicas y la diferencia entre la fracción líquida y la sólida estaría en los pesos moleculares promedio de cada una de las fases. Así, por ejemplo, el índice de yodo obtenido para las fracciones líquidas (13,36 g I₂/100 g) y sólidas (13,9 I₂/100 g) de la biocera cruda 1 indicarían que se mantiene la relación de compuestos insaturados, tanto en las familias de compuestos de bajo peso molecular (ácidos grasos, parafinas) como los de alto peso molecular (acilglicéridos, alcoholes cerosos y ésteres cerosos).

En la industria de hidrocarburos se reportan procesos de cristalización extractiva para remoción de familias como las parafinas de mezclas complejas utilizando solventes. As'ad et al. (2015) realizó una cristalización a -15 °C con metil-etil-cetona en una relación másica solvente:muestra de 15:01 y logró obtener una fracción enriquecida en parafinas que representa el 27,9 % en peso de la muestra original. Para la cera de caña de azúcar se ha estudiado su fraccionamiento utilizando extracción por fluidos supercríticos y obteniéndose un extracto de alcoholes cerosos con 78,24 % de pureza, comparado con un 22 % de pureza obtenido por extracción con solvente (de Lucas et al., 2007). La utilización de estas técnicas mejora la separación de las familias presentes en las bioceras y permite concentrar las parafinas y los alcoholes cerosos, los cuales son de gran interés para la industria cosmética (Fernández-Arche et al., 2009).

Tabla 3. Parámetros de caracterización física y fisicoquímica realizados según normas NTC para las muestras de biocera antes y después de la cristalización sin solvente.

Muestra	Caracterización física		Caracterización fisicoquímica		
	NTC 213: punto de fusión, °C	NTC 218: índice de acidez, mg KOH/g muestra	NTC 335: índice de saponificación, mg KOH/g muestra	NTC 283: índice de yodo, g I ₂ /100 g	NTC 236: índice de peróxido, meq O ₂ /kg muestra
Biocera cruda 1 original	44,3-44,4	14,64	174,10	6,30	1,34
Biocera cruda 1, fracción sólida luego de refinación	49,5-52,7	14,17	171,59	13,93	1,84
Biocera cruda 1, fracción líquida luego de refinación	23,7-24,1	14,06	169,47	13,36	1,42
Biocera cruda 2 original	45,1-45,6	6,09	179,80	49,02	8,14
Biocera cruda 2, fracción sólida luego de refinación	47,1-47,5	6,94	179,44	49,59	8,27
Biocera cruda 2, fracción líquida luego de refinación	< 21-24	6,47	179,34	49,81	7,99

Fuente: Elaboración propia

Guzmán et al. (2010) estudió la influencia de las condiciones de operación en el hidrotreatmento de aceite de palma utilizando un catalizador NiMo/ γ Al₂O₃, donde el modelo generado por el simulador Aspen Plus predice la disminución de parafinas con 15 y 17 carbonos al aumentar la presión de reacción. El continuar con estudios experimentales en diferentes condiciones de operación del hidrotreatmento de aceite de palma podría permitir el aumento en la temperatura de fusión de la biocera.

Para las ceras utilizadas en las industrias cosmética, farmacéutica y de alimentos, se utilizan procesos de refinación adicionales como la destilación fraccionada (Mackerer et al., 2003), la percolación (Soliman, 2020), la neutralización (Dijkstra, 2013), el lavado (Gharby, 2022), la decoloración (Pirow et al., 2019) y la extracción con solvente (As'ad et al., 2015). Complementar la cristalización con estas técnicas podría mejorar los demás parámetros de calidad de la biocera, diferentes al punto de fusión (índice de acidez, índice de yodo, índice de saponificación e índice de peróxido).

Se debe tener en cuenta que el aceite de palma es una fuente prometedora para producir ceras renovables debido a su biodegradabilidad y disponibilidad, por lo que es necesario seguir investigando sobre tecnologías de refinación para encontrar las características deseables por los mercados. También es importante mejorar el entendimiento de las estructuras químicas, la composición, la microestructura y las interacciones entre las diferentes familias presentes en las bioceras obtenidas de aceite de palma.

Conclusiones

Los análisis DSC y DRX permitieron confirmar la existencia de más de una fase cristalina en la muestra de biocera cruda 2, donde el proceso de cristalización sin solvente permitió la separación de dos fases (una líquida y una sólida) para las dos muestras de biocera analizadas, pero no se evidenció una separación representativa de las familias químicas que conformaban la biocera cruda. Para futuras investigaciones, se recomienda evaluar técnicas más selectivas como cristalización con solvente o extracción con fluidos supercríticos para mejorar el punto de fusión.

Agradecimientos

Los autores agradecen al Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación Sistema General de Regalías y a la Gobernación de Santander por el financiamiento del proyecto BPIN 2018000100188. También agradecen al Instituto Colombiano del Petróleo (ICP), a la Universidad Industrial de Santander (UIS) y al Servicio Nacional de Aprendizaje (SENA) por el apoyo al desarrollo de esta investigación.

Contribución de los autores

Andrés Fernando Ramírez Quintero: Cristalización de biocera, interpretación de los resultados, redacción del manuscrito; Debora Alcida Nabarlatz: Diseño metodológico, interpretación de los resultados, redacción del manuscrito; Carlos Jesús Muvdi Nova: Diseño metodológico, interpretación de los resultados, redacción del manuscrito; Laura Liliana Garzón Fuentes: Diseño metodológico, escritura de manuscrito; Cristian Jahir Murillo Méndez: Pruebas titulométricas, redacción del manuscrito; Luis Javier López Giraldo: Diseño metodológico, interpretación de los resultados, redacción del manuscrito.

Implicaciones éticas

No existen implicaciones éticas. Se obtuvo el consentimiento de los colaboradores para usar la información suministrada en la documentación del proceso presentado en el artículo.

Conflicto de interés

Los autores manifiestan que no existen conflictos de interés en este estudio.

Financiación

Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación Sistema General de Regalías y a la Gobernación de Santander por el financiamiento del proyecto BPIN 2018000100188.

Referencias

- Agarwal, A., & Sarviya, R. M. (2017). Characterization of Commercial Grade Paraffin wax as Latent Heat Storage material for Solar dryers. *Materials Today: Proceedings*, 4(2), 779-789. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2017.01.086>
- Alam, M., Akram, D., Sharmin, E., Zafar, F., & Ahmad, S. (2014). Vegetable oil based eco-friendly coating materials: A review article. *Arabian Journal of Chemistry*, 7(4), 469- 479. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.12.023>
- As'ad, A. M., Yeneneh, A. M., & Obanijesu, E. O. (2015). Solvent dewaxing of heavy crude oil with methyl ethyl ketone. *Journal of Petroleum & Environmental Biotechnology*, 6(2). <https://doi.org/10.4172/2157-7463.1000213>
- Basson, I., & Reynhardt, E. C. (1988). An investigation of the structures and molecular dynamics of natural waxes. I. Beeswax. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 21(9), 1421-1428. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/21/9/016>
- Bayés-García, L., Sato, K., & Ueno, S. (2020). Polymorphism of Triacylglycerols and Natural Fats. En *Bailey's Industrial Oil and Fat Products*. <https://doi.org/10.1002/047167849x.bio020.pub2>
- de Lucas, A., García, A., Álvarez, A., & Gracia, I. (2007). Supercritical extraction of long chain n-alcohols from sugar cane crude wax. *Journal of Supercritical Fluids*, 41(2), 267-271. <https://doi.org/10.1016/j.supflu.2006.09.013>
- Dey, S., Reang, N. M., Das, P. K., & Deb, M. (2021). A comprehensive study on prospects of economy, environment, and efficiency of palm oil biodiesel as a renewable fuel. *Journal of Cleaner Production*. 286, 124981. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.124981>
- Dijkstra, A. J. (2013). Edible Oil Processing from a Patent Perspective Edible Oil Processing from a Patent Perspective. En: *Edible Oil Processing from a Patent Perspective* (pp. 157-171), Springer Science. http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4614-3351-4_6
- Edwards, R. T. (1957). Crystal Habit of Paraffin Wax Unpredictable malcrystallization often interferes in processing paraffin wax. Re-examination of some old questions is another step toward better production and lower costs. *Industrial And Engineering Chemistry*, 49(4), 750-757. <https://doi.org/10.1021/ie50568a042>
- Fedepalma. (2022). *La palma de aceite en Colombia*. Fedepalma. <http://web.fedepalma.org/la-palma-de-aceite-en-colombia-departamentos>

- Fei, T., & Wang, T. (2017). A review of recent development of sustainable waxes derived from vegetable oils. *Current Opinion in Food Science*, 16, 7-14. <https://doi.org/10.1016/j.cofs.2017.06.006>
- Fernández-Arche, A., Márquez-Martín, A., Vázquez, R., Perona, J. S., Terencio, C., Pérez-Camino, C., & Ruiz-Gutiérrez, V. (2009). Long-chain fatty alcohols from pomace olive oil modulate the release of proinflammatory mediators. *Journal of Nutritional Biochemistry*, 20(3), 155-162. <https://doi.org/10.1016/j.jnutbio.2008.01.007>
- Ferris, S. W., & Cowles, H. C. (1945). Crystal behavior of paraffin wax. *Industrial and Engineering Chemistry*, 37, 1054-1062. <https://doi.org/10.1021/ie50431a016>
- Gao, Z., Rohani, S., Gong, J., & Wang, J. (2017). Recent Developments in the Crystallization Process: Toward the Pharmaceutical Industry. *Engineering*, 3(3), 343-353. <https://doi.org/10.1016/j.ENG.2017.03.022>
- Gharby, S. (2022). Refining Vegetable Oils: Chemical and Physical Refining. *Scientific World Journal*. 6627013. <https://doi.org/10.1155/2022/6627013>
- Gunawan, E. R., & Suhendra, D. (2008). Wax esters production by alcoholysis of palm oil fractions. *Indonesian Journal of Chemistry*, 8(3). <http://dx.doi.org/10.22146/ijc.21591>
- Guzmán, A., Torres, J. E., Prada, L. P., & Nuñez, M. L. (2010). Hydroprocessing of crude palm oil at pilot plant scale. *Catalysis Today*, 156(1-2), 38-43. <https://doi.org/10.1016/j.cattod.2009.11.015>
- Hariyadi, P. (2020). Food safety & nutrition issues: Challenges and opportunities for Indonesian palm oil. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 418(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/418/1/012003>
- Icontec. (1988). *NTC 1486: Cera natural de abejas y cera sintética para la industria de cosméticos*. Icontec. <https://tienda.icontec.org/gp-cera-natural-de-abejas-y-cera-sintetica-para-la-industria-de-cosmeticos-ntc1466-1998.html>
- Kellens, M., Meeussen, W., Riekkel, C., & Reynaers, H. (1990). Time resolved x-ray diffraction studies of the polymorphic behaviour of tripalmitin using synchrotron radiation. *Chemistry and Physics of Lipids*, 52(2), 79-98. [https://doi.org/10.1016/0009-3084\(90\)90153-I](https://doi.org/10.1016/0009-3084(90)90153-I)
- Kuszlik, A. K., Meyer, G., Heezen, P. A., & Stepanski, M. (2010). Chemical Engineering Research and Design Solvent-free slack wax de-oiling - Physical limits. *Chemical Engineering Research and Design*, 88(9), 1279-1283. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2010.01.009>
- Larsson, K. (1966). Classification of glyceride crystal forms. *Acta chemica Scandinavica*, 20(8), 2255-2260. <https://doi.org/10.3891/acta.chem.scand.20-2255>
- Lee, Y. F. (2008). Partial acyl glyceride based biowaxes, biocandles prepared therefrom and their preparation methods. *European Patent Office*, 1-21. <https://patents.google.com/patent/EP1935971A1/pt>
- Louanate, A., Otmani, R., Kandoussi, K., & Boutaous, M. (2020). Non-isothermal crystallization kinetics of paraffin wax as a phase changing energy storage material. *Physica Scripta*, 95(10), 105003. <https://doi.org/10.1088/1402-4896/abb49f>
- Lye Chew, C., Yong Ng, C., Onn Hong, W., Yeong Wu, T., Lee, Y. Y., Ee Low, L., San Kong, P., & Seng Chan, E. (2021). Improving Sustainability of Palm Oil Production by Increasing Oil Extraction Rate: a Review. *Food and Bioprocess Technology*, 14, 573-586. <https://doi.org/10.1007/s11947-020-02555-1/Published>

- Mackerer, C. R., Griffis, L. C., Grabowski, J. S., & Reitman, F. A. (2003). Petroleum mineral oil refining and evaluation of cancer hazard. *Applied Occupational and Environmental Hygiene*, 18(11), 890-901. <https://doi.org/10.1080/10473220390237467>
- Pirow, R., Blume, A., Hellwig, N., Herzler, M., Huhse, B., Hutzler, C., Pfaff, K., Thierse, H. J., Tralau, T., Vieth, B., & Luch, A. (2019). Mineral oil in food, cosmetic products, and in products regulated by other legislations. *Critical Reviews in Toxicology*, 49(9), 742-789. <https://doi.org/10.1080/10408444.2019.1694862>
- Pratik, V., & Surekha, D. (2018). Refining of palm oil: A review on palm oil refining process, 3-MCPD esters in refined palm oil, and possible reduction tactics for 3-MCPD esters. *International Journal of Agricultural Engineering*, 11, 81-85. <https://doi.org/10.15740/HAS/IJAE/11.Sp.Issue/81-85>
- Robles, L. V. (2011). Los excipientes y su funcionalidad en productos farmacéuticos sólidos; *Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas*, 42(1), 18-36. https://www.scielo.org.mx/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1870-01952011000100003
- Saji, V. S. (2020). Wax-based artificial superhydrophobic surfaces and coatings. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 602. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125132>
- Sato, K. (2018). *Crystallization of Lipids: Fundamentals and Applications in Food, Cosmetics, and Pharmaceuticals*. John Wiley & Sons. <https://doi.org/10.1002/9781118593882>
- Soliman, F. S. (2020). *Paraffin*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.75234>
- Susanto, B. H., Nasikin, M., Sukirno, & Wiyo, A. (2014). Synthesis of Renewable Diesel through Hydrodeoxygenation Using Pd/zeolite Catalysts. *Procedia Chemistry*, 9, 139-150. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2014.05.017>
- Woittiez, L. S., van Wijk, M. T., Slingerland, M., van Noordwijk, M., & Giller, K. E. (2017). Yield gaps in oil palm: A quantitative review of contributing factors. *European Journal of Agronomy*, 83, 57-77. <https://doi.org/10.1016/j.eja.2016.11.002>
- Yadav, V. G., Yadav, G. D., & Patankar, S. C. (2020). The production of fuels and chemicals in the new world: critical analysis of the choice between crude oil and biomass vis-à-vis sustainability and the environment. *Clean Technologies and Environmental Policy*, 22(9), 1757-1774. <https://doi.org/10.1007/s10098-020-01945-5>
- Zikri, A., & Aznury, M. (2020). Green diesel production from Crude Palm Oil (CPO) using catalytic hydrogenation method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 823(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/823/1/012026>