



UNIVERSIDAD
NACIONAL
DE COLOMBIA

Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario

Adriana Isabel Rada Bula

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias Agrarias

Bogotá, D.C., Colombia

2024

Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario

Adriana Isabel Rada Bula

Tesis presentada como requisito parcial para optar al título de:

Doctora en Ciencia y Tecnología de Alimentos

Director (a):

PhD. Amanda Consuelo Díaz Moreno

Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos – ICTA

Universidad Nacional de Colombia

Codirector (a):

PhD. Jesús Alberto García Núñez

Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite - Cenipalma

Línea de Investigación:

Ciencia y Tecnología de Productos Agroalimentarios

Grupo de Investigación:

BIOALIMENTOS

Universidad Nacional de Colombia

Facultad de Ciencias Agrarias

Bogotá, D.C., Colombia

2024

Dedicado a mis padres, a mis hermanas y a mis sobrinos David y Leo, quienes me han acompañado con amor durante este camino de la investigación. Gracias por su eterna paciencia y comprensión.

Agradecimientos

Esta investigación fue el producto de un fuerte trabajo interdisciplinar en donde agradezco profundamente a cada una de las personas involucradas durante la formulación, maduración y desarrollo de esta tesis, sin quienes este trabajo no hubiera sido posible:

A la profesora PhD Consuelo Diaz Moreno, docente asociada al Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA) y directora de tesis. A mis asesores: PhD Jesús García Núñez, Coordinador del Programa de Procesamiento de la Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite – Cenipalma y al profesor PhD Javier Fontalvo Álzate, asesor interno de la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales.

A la Convocatoria de financiación parcial de proyectos de tesis de doctorado y maestría de la Facultad de Ciencias Agrarias, sede Bogotá (Código del Proyecto: 49641) por la financiación de la propuesta: *“Caracterización de perfil de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles de las muestras de aceite crudo de palma del cruce interespecífico O×G”*.

A la Convocatoria UN Innova: Convocatoria de Proyectos para el Fortalecimiento de la Innovación en la Universidad Nacional de Colombia a partir del Desarrollo de Prototipos y Experiencias Piloto 2019-2021 (segunda cohorte) (Código del proyecto: 53539) por la financiación de la propuesta: *“Validación de un prototipo de sistema de membranas para la separación de fitonutrientes del aceite crudo de palma (E. oleífera×E. guineensis) para aplicaciones en la industria alimentaria”*.

A la Beca de Exención de Derechos Académicos a estudiantes de los programas de posgrados de la Facultad de Ciencias Agrarias, de la sede Bogotá.

A la Convocatoria del Fondo de Ciencia, Tecnología e Innovación del Sistema General de Regalías para la conformación de una lista de proyectos elegibles para ser viabilizados, priorizados y aprobados por el OCAD en el marco del Programa de Becas de Excelencia Doctoral, Cohorte I.

Al profesor Héctor Suarez Mahecha, docente asociado al Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA) por su apoyo en la gestión del *Acuerdo tripartita para trabajo de tesis entre la Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite – Cenipalma, la Universidad Nacional de Colombia y Adriana Isabel Rada Bula.*

Al Laboratorio de Procesamiento del Campo Experimental Palmar de las Corocoras (Cenipalma) ubicado en Paratebueno – Cundinamarca, en especial a Alexis González Díaz por su apoyo en el desarrollo de análisis cromatográficos y de manera general a la Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite – Cenipalma, por ser entidad cooperante durante toda la investigación, además, por apoyarme con rubros de sostenimiento en la zona oriental a través de la vinculación como estudiante de posgrado de Cenipalma.

A las plantas de beneficio de fruto de la palma de aceite Guaicaramo S.A.S., Hacienda La Cabaña S.A. y Bioplanta Palmera para el Desarrollo S.A. por el suministro de las muestras necesarias para el desarrollo de esta investigación.

A la empresa Creativa Ingeniería S.A.S. por la manufactura del prototipo de sistema de membranas.

Al Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA): a Germán Leguizamón Cárdenas y Alejandro Moreno Camargo por su apoyo en el Laboratorio de Análisis en Alimentos de Origen Vegetal, a Caroll Cortés, Jasmín García y Alejandra González por su apoyo en el Laboratorio de Análisis Físicoquímico de Alimentos, a Cristina Lizarazo por su apoyo en el laboratorio de Bromatología, a Ernesto Caballero e Ingri Paola Hernández por su apoyo en la Planta de Investigación en Procesos de Leches y Productos Lácteos.

Al laboratorio de Intensificación de Procesos y Sistemas Híbridos de la Universidad Nacional sede Manizales (Campus La Nubia), por su colaboración y asesoría en la estandarización del prototipo de sistema de tecnologías de membranas fabricado para esta investigación.

A los estudiantes: Fabian Nicolás Moreno, Mohammed Asif Iqbal, Paola Barbosa y Laura Camargo, estudiantes de la Universidad Nacional de Colombia sede Bogotá por su participación y apoyo en el trabajo de laboratorio.

VIII Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

Finalmente, quiero agradecer de manera personal a: Sandra Milena Arévalo, Edicson Mauricio Rincón, Diana Cristina Moncayo, Guillermo Balseiro, José Mauricio Delgadillo, William Alberto Guaqueta, Edward Perdomo, José María Rosero, Leydi Johanna Contreras, Oscar Julián Reyes, Leydi Yasmín García, Nubia Susana Corredor y María Andrea Baena, por darme las palabras de aliento necesarias y brindarme su amistad incondicional durante este proceso

Resumen

Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario

Las deficiencias por micronutrientes, en especial por vitamina A, son frecuentes en algunas regiones del país y del mundo, especialmente durante la primera infancia donde una carencia de esta vitamina genera las tasas más altas de enfermedades y mortalidad en esta población. De acuerdo con la Organización Mundial de la Salud (OMS) y los resultados de la última Encuesta Nacional de Situación Nutricional (ENSIN), se estima que diariamente se requiere una ingesta de 300 µg y 800 µg equivalente en retinol (ER) de este micronutriente en población infantil y adultos, respectivamente. Este requerimiento no necesariamente logra cumplirse principalmente por los problemas de seguridad alimentaria que limitan el acceso a alimentos en donde este micronutriente se encuentra de manera natural. El aceite de palma crudo (*E. oleifera* × *E. guineensis*) es una de las fuentes vegetales con mayor aporte de fitonutrientes con actividad biológica, como carotenoides provitamina A y vitamina E. En consecuencia, esta materia prima se constituye como un valioso recurso nutricional, sobre todo, por su alta disponibilidad debido al actual posicionamiento del país como mayor productor de aceite de palma en América y el cuarto en mundo.

Debido a las preferencias de los consumidores, el aceite de palma crudo se somete a un proceso de refinación, donde se retiran en mayor medida estos fitonutrientes beneficiosos. Para brindar una solución a este problema, a través de esta investigación se estudió un método alternativo para el aprovechar estos nutrientes, en este caso, a través del proceso de ultrafiltración con membranas poliméricas como una metodología verde que permite realizar el desgomado del aceite, conservando la concentración inicial de fitonutrientes y retirando parte de los compuestos que pueden generar sabores residuales desagradables

X Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

en el aceite como los fosfátidos. De esta manera, habría mayor oportunidad para emplear el aceite de palma crudo dentro de la formulación de alimentos funcionales.

Para desarrollar esta investigación, se realizó primeramente un muestreo de aceite de palma crudo O×G en tres plantas de beneficio de fruto, las cuales fueron caracterizadas químicamente con relación a la concentración de carotenoides, tocoferoles (Tocs) y tocotrienoles (T3s), obteniéndose aceites con rangos entre 604,12±3,85 mg/kg - 865,63 ±14,96 mg/kg de carotenoides totales y entre 381,36±3,92 mg/kg – 835,62±8,65 mg/kg de Tocs and T3s, permitiendo seleccionar la muestra con mayor contenido de estos compuestos y que posteriormente pudiera ser empleada para ensayos de ultrafiltración en donde se determinaron las condiciones adecuadas de desgomado empleando dos materiales de membrana: polietersulfona (PES) y fluoruro de polivinileno (PVDF) considerando como factores la presión transmembranaria (PTM) y la temperatura. Una vez obtenidas estas condiciones, se realizó un estudio de estabilidad del permeado de ultrafiltración (UF) frente al aceite de palma crudo (APC) como control. Una vez conocida la estabilidad de esta matriz oleosa, se realizó un acercamiento a posibles usos del UF través del desarrollo de un alimento horneado, mostrando una retención del 93,27±0,37% de los carotenoides y del 99,99±0,00% de Tocs y T3s posterior al horneado. Esta investigación fue el resultado del trabajo en conjunto entre plantas extractoras de aceite, destacadas por su producción de aceite crudo de palma O×G, la Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite – Cenipalma, Fedepalma y el Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA) de la Universidad Nacional de Colombia, logrando de esta manera, obtener inicialmente a escala laboratorio, en grado de madurez tecnológica-TRL4, el desarrollo de una estrategia innovadora que podría abrir a futuro una alternativa para la obtención de líneas de proceso en el gremio palmicultor para el aprovechamiento de los fitonutrientes de alto valor del aceite de palma crudo O×G.

Palabras clave: Aceite de palma, Carotenoides, Desgomado, Estabilidad, Tocopheroles, Tocotrienoles, Ultrafiltración.

Abstract

Evaluation of ultrafiltration process for the valorization of phytonutrients in crude palm oil (*E. oleifera*×*E. guineensis*) for food application

Micronutrient deficiencies, especially in vitamin A, are common in certain regions of the country and the world, particularly during early childhood, where a deficiency of this vitamin leads to the highest rates of disease and mortality in this population. According to the World Health Organization (WHO) and the results of the latest Encuesta de Situación Nutricional (ENSIN), a daily intake of 300 µg and 800 µg equivalent in retinol (RE) of this micronutrient is estimated to be required in children and adults, respectively. This requirement is not met due to food security issues that limit access to foods where this micronutrient is naturally found. Crude palm oil (*E. oleifera*×*E. guineensis*) is one of the natural sources with high contribution of phytonutrients with biological activity, such as provitamin A carotenoids and vitamin E. Consequently, this raw material constitutes a valuable nutritional resource, especially due to its high availability resulting from the country's current position as the largest palm oil producer in the Americas and the fourth largest in the world.

Due to consumer preferences, crude palm oil undergoes a refining process, where these beneficial phytonutrients are removed. To address this problem, this research studied an alternative method to harness these nutrients, in this case, through the ultrafiltration process using polymeric membranes that allows degumming the oil, preserving the initial concentration of phytonutrients while it is removing compounds that generate off-flavors in the oil such as phospholipids. This would provide greater opportunity to use crude palm oil in the formulation of functional foods. The aim of this research was sampling O×G crude oil in three palm oil mill plant, which were chemically characterized in terms of carotenoid concentration, tocopherols (Tocs), and tocotrienols (T3s), obtaining oils with ranges between 604,12±3,85 mg/kg - 865,63 ±14,96 mg/kg of total carotenoids and between

381,36±3,92 mg/kg – 835,62±8,65 mg/kg of Tocs and T3s. These results allowed to selected the sample with the highest content of these compounds which was subsequently used for ultrafiltration trials where the appropriate degumming conditions were determined evaluating two membrane materials: polyethersulfone (PES) and polyvinylidene fluoride (PVDF), considering factors such as transmembrane pressure (TMP) and temperature. Once these conditions were obtained, a stability study of the ultrafiltration (UF) permeate against crude palm oil (CPO) as control was conducted. Once the stability of this oily matrix was known, an approach to uses of UF was made through the development of a baked food, showing a retention of 93.27±0.37% of carotenoids and 99.99±0.00% of Tocs and T3s after baking. This research was the result of collaborative work between oil extraction plants, with high production of O×G crude palm oil, the Colombian Oil Research Center – Cenipalma, the National Federation of Oil Palm Growers (Fedepalma), and the Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos (ICTA) of the Universidad Nacional de Colombia, thus achieving initially at a laboratory scale, (Technology Readiness level - TRL4), the development of an innovative strategy that could potentially open up an alternative for obtaining process lines in the palm growers' guild for the utilization of the high-value phytonutrients from crude palm oil O×G.

Keywords: Carotenoids, Degumming, Palm oil, Stability, Tocopherols, Tocotrienols, Ultrafiltration

Contenido

Pág.

Resumen	IX
Introducción	1
Bibliografía	7
1. Estado del arte - Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización del aceite crudo de palma (<i>E. oleiferaxE. guineensis</i>) para uso alimentario	13
1.1 Características del cruce interespecífico O×G	13
1.2 Fitonutrientes en el aceite de palma	15
1.2.1 Carotenoides	15
1.2.2 Tocoferoles (Tocs) y tocotrienoles (T3s)	17
1.2.3 Importancia biológica de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles	18
1.2.4 Fosfolípidos	20
1.3 Tecnologías de membranas	20
1.3.1 Proceso de separación con tecnologías de membranas	20
1.3.2 Consideraciones importantes en el proceso de filtración	21
1.3.3 Fouling y Polarización por concentración	23
1.3.4 Modelos de transferencia de masa	25
1.4 Proceso de refinación del aceite	26
1.5 ¿Qué aplicaciones ha tenido la tecnología de membranas en la industria de aceites?	28
1.5.1 Microfiltración	28
1.5.2 Ultrafiltración	29
1.5.3 Importancia de la ultrafiltración como una estrategia para la valorización del aceite de palma (O×G)	30
1.6 Estabilidad del aceite de palma	31
1.6.1 Pruebas de vida en anaquel	31
1.6.2 Modelos matemáticos empleados en el estudio de la degradación de estos componentes	32
1.6.3 Modelos matemáticos empleados en el estudio de la degradación de estos componentes	35
1.6.4 Rancimat	37
1.6.1 Estudios de estabilidad en aceite de palma	37
1.6.2 Índices de calidad asociadas a la estabilidad del aceite de palma	43
1.6.3 Perspectivas Futuras	44
1.7 Bibliografía	45

2. Evaluación de la composición de α- y β- caroteno, α-, β- γ- δ tocoferol y α-, β- γ- δ tocotrienoles en aceite crudo de palma del híbrido interespecífico <i>E. oleifera</i>×<i>E. guineensis</i>.....	57
2.1 Resumen	57
2.2 Materiales y métodos.....	58
2.2.1 Caracterización del aceite crudo de palma del híbrido O×G.....	60
2.2.2 Análisis fisicoquímicos.....	60
▪ Determinación de carotenoides totales.....	60
▪ Determinación de α - y β -caroteno, α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles.....	61
▪ Determinación de perfil de ácidos grasos.....	61
▪ Determinación de índice de peróxidos (IP).....	62
▪ Determinación de ácidos grasos libres (AGL).....	62
▪ Determinación de DOBI.....	63
▪ Determinación de Humedad.....	63
2.2.3 Análisis estadístico.....	64
2.3 Resultados y discusión	64
2.3.1 Contenido de Carotenoides totales, α - y β - caroteno.....	64
2.3.2 Contenido de α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles.....	67
2.3.3 Perfil de ácidos grasos	68
2.3.4 Índice de ácidos grasos libres (AGL).....	71
2.3.5 Índice de peróxidos	71
2.3.6 Humedad y DOBI	72
2.4 Conclusiones	73
2.5 Bibliografía.....	74
3. Estudio de las condiciones de ultrafiltración para la valorización de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles del aceite crudo de palma del cruce interespecífico O×G.....	79
3.1 Resumen	79
3.2 Materiales y Métodos.....	81
3.2.1 Materiales.....	81
3.2.2 Diseño y fabricación de un sistema de filtración tipo <i>Dead End</i>	81
3.2.3 Montaje del sistema de filtración y ensayos de ultrafiltración.....	82
3.2.4 Ensayos de ultrafiltración	82
▪ Parámetros de desempeño de la membrana.....	83
▪ Análisis fisicoquímicos.....	84
▪ Determinación de viscosidad.....	84
▪ Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.....	84
3.2.5 Perfil de ácidos grasos	85
3.2.6 Diseño Experimental	85
3.2.7 Determinación de la estabilidad del aceite crudo de palma (O×G).....	86
▪ Cinética de degradación.....	86
▪ Análisis de datos	86
▪ Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles	87
▪ Determinación de índice de peróxidos.....	87
▪ Determinación de índice de ácidos grasos libres (AGL)	87
▪ Determinación de <i>p</i> -anisidina	88
3.3 Resultados y discusión	88

3.3.1	Parámetros de desempeño del proceso de ultrafiltración.....	88
▪	Efecto de la presión sobre el flux de permeación.....	92
3.3.2	Mecanismo de ensuciamiento.....	93
3.3.3	Concentración de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el alimento y permeado.....	97
3.3.4	Fósforo.....	98
3.3.5	Perfil de ácidos grasos.....	99
3.3.6	Estabilidad del aceite crudo bajo las condiciones de operación de ultrafiltración.....	100
▪	Cinética de degradación de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el aceite crudo OxG.....	101
3.3.7	Oxidación lipídica del aceite crudo OxG: Evolución de los parámetros de índice de peróxidos, <i>p</i> -anisidina y Totox durante el almacenamiento.....	103
3.3.8	Rancimat y determinación de vida útil en aceite crudo OxG.....	107
3.4	Conclusiones.....	107
3.5	Bibliografía.....	109
4.	Análisis y modelamiento de la estabilidad de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en las permeaciones de ultrafiltración frente al aceite crudo palma del cruce interespecífico OxG.....	113
4.1	Resumen.....	113
4.2	Materiales y métodos.....	114
4.2.1	Muestra de aceite crudo OxG.....	114
4.2.2	Estudio de estabilidad en aceite crudo OxG.....	114
4.2.3	Análisis de datos.....	114
4.2.4	Análisis de Rancimat y determinación de vida útil.....	115
4.2.5	Análisis fisicoquímicos.....	115
4.3	Resultados y discusión.....	115
4.3.1	Caracterización inicial del aceite crudo OxG.....	115
4.3.2	Cinética de degradación de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el aceite crudo OxG.....	116
4.3.3	Rancimat y determinación de vida útil en aceite crudo OxG y aceite ultrafiltrado (UF).....	125
4.4	Conclusión.....	127
4.5	Bibliografía.....	127
5.	Aplicaciones del aceite ultrafiltrado como ingrediente natural fuente de fitonutrientes en la industria alimentaria.....	131
5.1	Resumen.....	131
5.2	Materiales y métodos.....	132
5.2.1	Muestras.....	132
5.3	Preparación de las tortas.....	132
5.3.1	Formulaciones.....	133
5.4	Análisis fisicoquímicos.....	134
5.4.1	Determinación de humedad.....	134
5.4.2	Determinación de cenizas.....	135
5.4.3	Determinación de extracto etéreo.....	135
5.4.4	Determinación de proteína.....	135
5.4.5	Determinación de color.....	136
5.4.6	Determinación de textura.....	136
5.4.7	Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.....	137

5.4.8	Análisis sensorial.....	137
5.5	Análisis estadístico	138
5.6	Resultados y discusiones.....	138
5.6.1	Humedad, cenizas, grasa y proteína	138
5.6.2	Determinación de carotenoides totales, tocoferoles y tocotrienoles.....	139
5.6.3	Color	142
	144	
5.6.4	Determinación de textura	144
5.6.5	Análisis sensorial.....	146
5.7	Conclusiones	147
5.8	Bibliografía.....	148
6.	Conclusiones y recomendaciones	153
6.1	Conclusiones	153
6.1.1	Objetivo 1	153
6.1.2	Objetivo 2.....	154
6.1.3	Objetivo 3.....	154
6.1.4	Aplicaciones del permeado de ultrafiltración en el desarrollo de un producto alimenticio.....	155
6.2	Recomendaciones	156
A.	Anexo A: Divulgación de resultados	157
B.	ANEXO B. Concentración de isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en las corrientes de alimentación y permeado durante la ultrafiltración del aceite crudo empleando membranas de PVDF y PES.	160

Lista de figuras

Pág.

Figura 1-1. (a) Fruto y corte transversal de la palma de aceite (<i>E. guineensis</i>). (b) Fruto y corte transversal de híbrido de palma de aceite (O×G). (c) Coloración rojo-naranja del aceite de palma de híbrido de palma O×G.....	14
Figura 1-2. Estructura química de (a) α – Caroteno; (b) β – Caroteno	16
Figura 1-3. Estructura de los tocoferoles y tocotrienoles.....	17
Figura 1-4. (a) Formación de torta (n=0); (b) Constricción de poro (n=1,5), (c). Bloqueo Intermedio (n=1) – Bloqueo Completo (n=2) (Rada-Bula et al., 2023).	24
Figura 1-5. Etapas de la refinación del aceite	27
Figura 2-1. Diseño metodológico para la toma de muestra y análisis fisicoquímicos realizados en el objetivo 1.	59
Figura 3-1 Esquema del sistema de ultrafiltración tipo <i>Dead End</i>	82
Figura 3-2. Viscosidad dinámica (η) para cada temperatura ensayada.....	89
Figura 3-3. Flux final de permeación vs relación presión transmembrana/viscosidad $\Delta P/\eta$ a diferentes temperaturas usando membrana de (a) PES (MWCO 150kDa); (b) PVDF (MWCO 150 kDa); (c) flux de permeación durante tiempo de 3,5 horas empleando membrana de PES a diferentes condiciones de ΔP y temperatura. (d) flux de permeación durante tiempo de 3,5 horas empleando membrana de PVDF a diferentes condiciones de ΔP y temperatura.	90
Figura 3-4. Efecto de la temperatura en el flux de permeación en función del tiempo empleando membrana de PVDF y PES (MWCO 150 kDa) a diferentes ΔP	92
Figura 3-5. Efecto de la presión en el flux de permeación en función del tiempo empleando membrana de PVDF y PES (MWCO 150 kDa) a diferentes ΔP	93
Figura 3-6. Formación de torta en membrana de (a) PVDF y (b) PES.	94
Figura 3-7. Ajuste de los flux obtenidos a través de los diferentes tratamientos (T1, T2, T3, T4, T5, T6, T7 y T8) empleando membrana de PES (MWCO 150 kDa), a través de los modelos de ensuciamiento de membrana (a) formación de torta (b) bloqueo estándar (c) bloqueo intermedio (d) bloqueo completo. Las líneas representan los datos predichos a través de regresión lineal.	95
Figura 3-8. Ajuste de los flux obtenidos a través de los diferentes tratamientos (T1, T2, T3, T4, T5, T6, T7 y T8) empleando membrana de PVDF (MWCO 150 kDa), a través de los modelos de ensuciamiento de membrana (a) formación de torta (b) bloqueo estándar (c) bloqueo intermedio (d) bloqueo completo. Las líneas representan los datos predichos a través de regresión lineal.	96

Figura 3-9. Comportamiento de la concentración en el retenido y en el permeado de (a) carotenoides totales empleando membrana de PVDF y PES (150 kDa) (b) tocoles totales empleando membrana de PVDF y PES (150 kDa).....	98
Figura 3-10. Concentración de muestra de (a) β -caroteno, (b) α -caroteno y (c) carotenoides totales estimado por técnica espectrofotométrica en aceite de palma crudo durante su almacenamiento. . Las líneas representan la concentración calculada empleando modelo cinético de orden 0 y 1 (Rada–Bula et al., 2024).....	101
Figura 3-11. Concentración en mg.kg ⁻¹ de muestra de (a) α -tocoferol, (b) β + γ - tocoferol, (c) δ -tocoferol, (d) α -tocotrienol, (e) δ -tocotrienol (f) tocoles totales en aceite de palma crudo. Las líneas representan la concentración calculada empleando modelo cinético de orden 0 y 1 (Rada–Bula et al., 2024).....	102
Figura 4-1. Concentración en mg.kg ⁻¹ de muestra de carotenoides totales en aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración (UF). Las líneas corresponden al modelo cinético correspondiente para cada temperatura: orden 0 y 1.....	117
Figura 4-2. Concentración en mg.kg ⁻¹ de muestra de tocoles totales en aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración. Las líneas corresponden al modelo cinético de orden 0 y 1.....	118
Figura 5-1. Diagrama de flujo de elaboración de la torta de zanahoria.....	133
Figura 5-2. Representación gráfica de las coordenadas L*, a*, b* de cada una de las tortas evaluadas con aceite RBD (F1), UF (F2 y F3) y aceite crudo OxG (F4).....	142
Figura 5-3. Adición de aceite: (a) RBD, (b) UF. (c) Fotografía de las diferentes formulaciones realizadas en la experimentación (F1; F2; F3; F4).	144
Figura 5-4. Evaluación instrumental de textura de las diferentes muestras de tortas de zanahoria (F1, F2, F3 Y F4).....	145
Figura 5-5. Evaluación sensorial de consumidores frente a las diferentes formulaciones de torta de zanahoria desarrolladas (F1, F2, F3 y F4).	147

Lista de tablas

Pág.

Tabla 1-1. Contenido de carotenoides presentes en el APC.	16
Tabla 1-2. Concentración de tocoles en el aceite crudo de palma.....	17
Tabla 1-3. Composición de ácidos grasos en el aceite de palma crudo.	19
Tabla 1-4. Modelo de flux para cada tipo de ensuciamiento que se puede presentar durante el proceso de filtración Tipo de ensuciamiento.	24
Tabla 1-5. Materiales de membranas empleadas para procesos de desgomado, deacidificación y decoloración del aceite crudo de palma y derivados.....	33
Tabla 1-6. Modelos matemáticos empleados comúnmente para la determinación de la cinética de degradación de fitonutrientes de diversas matrices vegetales.	41
Tabla 2-1. Contenido α -; β - caroteno y carotenoides totales en el híbrido de palma CoaríxLa Mé objeto de estudio y comparación con referencias bibliográficas.....	66
Tabla 2-2. Concentración de carotenoides, α - y β - caroteno en algunas fuentes de origen vegetal.	67
Tabla 2-3. Contenido tocoferoles y tocotrienoles en el híbrido de palma CoaríxLa Mé y valores de referencia para el híbrido y los parentales <i>E. oleifera</i> y <i>E.guineensis</i> provenientes de las zonas oriental y norte del país.	69
Tabla 2-4. Perfil de ácidos grasos en los híbridos de palma Coarí x La Mé (H1, H2 y H3) y valores de referencia encontrados en literatura.	70
Tabla 2-5. Índice de peróxidos, AGL, DOBI y humedad en las muestras de híbrido de palma.	72
Tabla 3-1. Características de las membranas empleadas en los ensayos de ultrafiltración.	83
Tabla 3-2. Ecuaciones de linealización de los modelos de ensuciamiento basado en el modelo de Hermia	83
Tabla 3-3. Diseño experimental	85
Tabla 3-4. Nomenclatura de los diferentes tratamientos evaluados para estudiar el fenómeno de ensuciamiento de las membranas.....	86
Tabla 3-5. Valores de R^2 obtenidos para cada modelo de Hermia	96
Tabla 3-6. Valores de k obtenidos para cada modelo de Hermia.	97
Tabla 3-7. Coeficiente de retención (CR) de fosfátidos de aceite crudo en el proceso de ultrafiltración empleado membrana de PES y PVDF de 150 kDa.	99
Tabla 3-8. Perfil de ácidos grasos de las corrientes de alimentación y permeado durante el proceso de ultrafiltración.....	100

Tabla 3-9. La constante K (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas y el P – valor para cada uno de los isómeros de carotenoides.	105
Tabla 3-10. La constante k (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas y P – valor para cada uno de los isómeros de tocoferoles y tocotrienoles.	105
Tabla 3-11. . Evolución de los parámetros de índice de peróxidos, <i>p</i> -anisidina y Totox durante el almacenamiento de APC.	106
Tabla 3-12. Índice de estabilidad oxidativa (OSI) de aceite crudo OxG.....	107
Tabla 3-13. Valores de extrapolación de OSI a temperaturas usuales de almacenamiento.	107
Tabla 4-1. Composición inicial del aceite de palma crudo (APC) y permeado de ultrafiltración UF con relación al contenido de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.	116
Tabla 4-2. Valores de la constante k (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD) y el P – valor de cada isómero de carotenoides presentes en el APC durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60°C, 70°C y 80°C).....	119
Tabla 4-3. Valores de la constante k (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD) y el P – valor de cada isómero de carotenoides presentes en UF durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60°C, 70°C y 80°C).....	119
Tabla 4-4. Valores de la constante k (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD %) y el P – valor de cada isómero de tocoferoles y tocotrienoles presentes en APC durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60°C, 70°C y 80°C)...	121
Tabla 4-5. . Valores de la constante k (s ⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD %) y el P – valor de cada isómero de tocoferoles y tocotrienoles presentes en UF durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60°C, 70°C y 80°C)...	121
Tabla 4-6. Evolución del parámetro de AGL en el aceite de palma crudo (APC) y de aceite ultrafiltrado (UF) durante su almacenamiento a tres temperaturas (60, 70 y 80°C) durante 20 días de almacenamiento.	124
Tabla 4-7. Evolución del parámetro de índice de peróxidos en muestras de aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración en el tiempo de almacenamiento.	124
Tabla 4-8. Evolución del parámetro de índice de <i>p</i> -anisidina en muestras de aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración en el tiempo de almacenamiento.....	125
Tabla 4-9. Valores de OSI para cada muestra evaluada: aceite crudo de palma y permeado de ultrafiltración.....	126
Tabla 4-10. Extrapolación del OSI y estimación de vida útil de aceite de palma crudo (APC) y aceite ultrafiltrado (UF) a diferentes temperaturas.....	126
Tabla 5-1. Formulaciones ensayadas en la experimentación.....	134
Tabla 5-2. Determinación de humedad, grasas, proteína y materia orgánica en los diferentes tratamientos de tortas con adición de aceite RBD, UF y aceite crudo OxG...	138
Tabla 5-3. Concentración de carotenoides, Tocs y T3s contenidos en la fracción grasa de cada formulación de torta de zanahoria (F1, F2, F3 y F4).	140
Tabla 5-4. Determinación de humedad, grasas, proteína y materia orgánica en los diferentes tratamientos de tortas con adición de aceite RBD, UF y APC.....	143

Lista de Símbolos y abreviaturas

Símbolos con letras griegas

Símbolo	Término
α	Alfa
β	Beta
γ	Gamma
δ	Delta

Superíndices

Superíndice	Término
n	Exponente, potencia

Abreviaturas

Abreviatura	Término
APC	Aceite de palma crudo
APAO	Aceite de palma alto oleico
PVDF	Fluoruro de polivinilideno
PES	Poliéter sulfona
MWCO	Molecular weight cutoff
Flux	$\text{Kg.m}^{-2}.\text{h}^{-1}$
AGL	Ácidos grasos libres
PAG	Perfil de ácidos grasos
IP	Índice de peróxidos
DOBI	Índice de deterioro al blanqueo
Tocs	Tocoferoles
T3s	Tocotrienoles
RFF	Racimo de fruto fresco
RPO	Red palm oil

Introducción

La cadena productiva de palma de aceite, en especial del híbrido interespecífico O×G ha presentado un importante crecimiento a nivel nacional en los últimos años (Romero-Angulo, 2023), proporcionando aceites de alta calidad y valor nutricional por tratarse de un aceite con mayor concentración de ácido oleico (Mondragón Serna et al., 2023), sin embargo, su aporte nutricional no han sido completamente aprovechado, por lo que es necesario proponer metodologías innovadoras que permitan la valorización de este aceite, en especial, por su concentración de fitonutrientes, compuestos de importante valor biológico que, en la actualidad, son retirados durante la refinación del aceite, sin dar un uso adecuado por su potencial biológico, nutricional y tecnológico (Amado, 2010; González Díaz et al., 2023).

El cruce interespecífico O×G cada vez más, está abordando gran importancia dentro de la cadena productiva palmera; para el año 2019 se registraron unas 67.919 ha cultivadas a nivel nacional (Ayala-Díaz & Romero, 2019), incrementándose esta cifra con el paso de los años, alcanzando para el 2023 unas 90.000 ha, equivalente al 15% del área total cultivada con palma de aceite en todo el país (Cooman, 2023). Esta dinámica de crecimiento cobra interés para la comunidad científica, considerando que el aceite de este cruce genético es una fuente promisoría de fitonutrientes de origen natural para la industria alimentaria (Mondragón Serna et al., 2023).

Desde el punto de vista composicional, el aceite de palma crudo está constituido por monoacilglicéridos, diacilglicéridos, triglicéridos, fosfolípidos, ésteres, esteroides, hidrocarburos, alcoholes alifáticos (Sundram et al., 2003a), y componentes menores como: ubiquinonas, escualeno, carotenoides, tocoferoles (Tocs), tocotrienoles (T3s) (Mba et al., 2015a) y fragmentos de proteínas (Amado, 2010; Corley & Tinker, 2016a). Dentro del grupo de componentes minoritarios se destacan los carotenoides, Tocs y T3s (Mba et al., 2015b).

El α y β – caroteno son los carotenoides mayoritarios en el aceite de palma que, de acuerdo con las características intrínsecas y extrínsecas del cultivo, en conjunto pueden encontrarse en un rango entre 500 y 700 mg/kg, del cual se estima que el 90% corresponde a β – caroteno (Dong et al., 2017; Rada-Bula et al., 2023). Éstos compuestos, químicamente corresponden a un arreglo de tetraterpenoides con un sistema de dobles enlaces conjugados (Riaz et al., 2021) que otorga el color rojo-naranja característico del aceite de palma crudo (Rada-Bula et al., 2023; -Amaya & Kimura, 2004). Desde el punto de vista biológico, el α y el β - caroteno son considerados como provitamina A ya que en el organismo humano pueden convertirse en retinol (Vitamina A), cumpliendo una función esencial en la visión, salud reproductiva, sistema inmunológico, crecimiento, desarrollo celular y para la prevención de algunos tipos de cáncer y enfermedades oculares como ceguera nocturna (Saini et al., 2015). Los niños y adultos requieren entre 300 a 800 μ g de vitamina A (ER – equivalente de retinol) /día, respectivamente (Resolución No. 810 de 2021). Si se compara la concentración de β -caroteno presente del aceite de palma (entre 83,33 – 116,66 ER aproximadamente) con otras fuentes vegetales reconocidas como buena fuente de este compuesto, el aceite de palma presenta entre unas 14,85 a 16 veces más ER que la zanahoria (33,67mg/kg - 159 mg/kg) (Mondragón Serna et al., 2023; Rifqi et al., 2020) y por lo menos unas 2 veces más que la calabaza (234,21 – 404,98 mg/kg) (Jaeger de Carvalho et al., 2012; Ninčević Grassino et al., 2023).

Por otro lado, se encuentran los Tocs y T3s, cuyas isoformas (μ - β - γ - δ -) son considerados en conjunto como vitamina E (Raederstorff et al., 2015). Todas las isoformas tienen actividad biológica, aunque el α - tocoferol es la más reconocida como esta vitamina debido a que logra retenerse mayormente en los tejidos y en el plasma sanguíneo (Szewczyk et al., 2021). Sin embargo, el aceite de palma junto con el salvado de arroz, avena y cebada son de los pocos alimentos que reportan mayor concentración de T3s con relación a los Tocs (Shahidi & De Camargo, 2016; Szewczyk et al., 2021). Estudios recientes reconocen incluso un mayor potencial antioxidante de los T3s con relación a los Tocs al metabolizarse más rápidamente que las isoformas de tocoferol (Raederstorff et al., 2015; Sontag & Parker, 2007), sin embargo, isoformas como el γ -tocotrienol, comparte un potencial antioxidante excepcional junto con el α - γ - δ - tocoferol (Szewczyk et al., 2021). La concentración de T3s en el aceite de palma se reporta en un rango entre el 70% al 80% del total de concentración de vitamina E (Dong et al., 2017) y como sumatoria total de

isoformas de Tocs y T3s, se reporta concentraciones entre 600 a 1000 mg/kg. Aunque la deficiencia de la vitamina E es poco común, su ingesta en la dieta es importante para la prevención de enfermedades causados por procesos de oxidación e inflamación aguda (Szewczyk et al., 2021; Ziegler et al., 2020) y su efecto se ve potenciado cuando es acompañado de ácidos grasos insaturados (Shahidi & De Camargo, 2016). En este orden de ideas, debido a que el aceite crudo de palma O×G presenta un alto contenido de ácido oleico (C18:1), se podría inferir que esta composición podría facilitar a la absorción de esta vitamina, aunque faltarían algunos estudios *in vivo* e *in vitro* que respaldaran esta hipótesis (Mondragón Serna et al., 2023).

Debido a la cultura de consumo, el mercado de aceites busca productos incoloros e inodoros, razón por la que el aceite de palma crudo pasa por un proceso de refinación donde estos compuestos son retirados (Gharby, 2022). Un estudio realizado por la Universidad Nacional de Colombia, sede Bogotá (Amado, 2010) estimó que en las plantas refinadoras de aceite de palma retira hasta un 100% de los carotenoides (pigmento) y aproximadamente un 31,5% de Tocs y T3s de este aceite (Amado, 2010). De acuerdo con estas cifras, y, considerando el creciente volumen de producción de aceite de palma crudo proveniente del híbrido interespecífico O×G para el año 2023 (Cooman, 2023; Romero-Angulo, 2023), se estaría descartando a través de este proceso potencialmente unas 450 ton/año de carotenoides y 162 ton/año de Tocs y T3s.

Éstas pérdidas traen consigo la minimización del potencial valor económico, social, biológico, nutricional y tecnológico de estos compuestos, en especial para la industria alimentaria en donde cumplen funciones como: antioxidantes para inhibir la peroxidación lipídica y la propagación de la oxidación en aceites (Szewczyk, 2020), pigmentos amarillos en el creciente mercado de ingredientes naturales (T. Singh et al., 2023) y el desarrollo de alimentos con “*health claim*” al presentar una concentración importante de compuestos provitamina A y vitamina E (Swami et al., 2020; Szewczyk, 2020). Estas posibles aplicaciones pueden conducir al desarrollo de alimentos como: productos de panificación (Loganathan, Ahmad, et al., 2020; Ordóñez-Santos et al., 2021), emulsiones (Ricaurte et al., 2016), aderezos (Ojeda et al., 2017), productos de heladería (Ismail et al., 2020; Lima et al., 2016; Rajarajan, 2019), mercado de aceite de palma con alto valor (C. H. Tan et al., 2021), entre otros, que beneficiarían tanto a un consumidor consiente de la buena salud, como a aquellas poblaciones vulnerables, como niños y madres en gestación, los cuales se han identificado con mayores carencias de micronutrientes, en especial de vitamina A,

una problemática de salud pública que aún sigue siendo prevalente en el país y en el mundo (ICBF, 2015; Ministerio de Salud y Protección Social, 2015; Souganidis et al., 2013).

Actualmente, se evidencia una creciente demanda en el mercado de carotenoides naturales liderado por la industria de alimentación humana, seguido por la de alimentación animal y de suplementos alimenticios (Markets and Markets, 2022), mientras que el mercado de Tocs y T3s naturales tiene una mayor demanda por parte de la industria de suplementos, seguido de la industria alimentaria (Fortune Business Insights, 2022; Markets and Markets, 2022). Este interés está relacionado con el hecho que los fitonutrientes son considerados como productos GRAS (Generally Recognized as Safe) por la U.S. Food & Drug Administration, (2020), lo que facilita su uso con propósitos alimenticios y farmacéuticos.

A través de esta tesis doctoral se quiso proponer una estrategia para valorizar estos compuestos a través del diseño y validación de un prototipo de separación por membranas “*Dead End*”, como una alternativa verde, de bajo consumo energético y de sencillo funcionamiento (Kang & Cao, 2014), el cual consiste en la aplicación de una fuerza motriz a un flujo de alimentación que presente una alta concentración de solutos y de acuerdo con el tamaño molecular, presión, temperatura, características propias de la membrana e interacción molécula-membrana se realiza la separación de dichos solutos (Mohammad et al., 2015; Rada-Bula et al., 2023).

En el caso del aceite de palma crudo del híbrido interespecífico O×G, éste, además de presentar una concentración importante de componentes menores, también presenta compuestos indeseables que producen *off-flavor* del aceite como ácidos grasos libres, trazas de metales y fosfolípidos (Noor Hidayu, 2014). Debido a la presencia de estos compuestos, muchos aceites vegetales, a excepción de algunos como el de oliva (Hafidi et al., 2005), pasan por una refinación, en donde, además, se retiran gran parte de los fitonutrientes (Gharby, 2022; Hafidi et al., 2005). Para este caso, dentro de las tecnologías de membranas, la ultrafiltración permite aplicar una fuerza motriz al aceite de palma crudo del híbrido interespecífico O×G a través del uso de una membrana polimérica de hoja (de materiales: polietersulfona - PES y fluoruro de polivinileno – PVDF, ambas de 150 kDa), obteniéndose dos corrientes, un retenido en donde se mantienen los solutos, en este caso, compuestos de alto peso molecular como los fosfolípidos y una segunda corriente correspondiente a la permeación del aceite (UF) el cual conserva el 100% de la

concentración inicial de carotenoides, Tocs y T3s, permitiendo que este permeado pueda ser empleado dentro de diversas aplicaciones alimentarias como un ingrediente de origen natural fuente de compuestos provitamina A y vitamina E, reduciendo procesos de oxidación en el aceite y *off-flavor* (Rada-Bula et al., 2023).

Este proceso descrito, correspondería a un desgomado el cual presenta múltiples beneficios frente a la etapa de desgomado químico tradicional, disminuyendo significativamente el consumo energético, los grandes volúmenes de aguas residuales y pérdidas de aceite generados durante el proceso (Boynueğri et al., 2017; Gharby, 2022; Ochoa et al., 2001). Las aplicaciones de aceite de palma como ingrediente en el desarrollo de alimentos se registran de dos maneras: históricamente como aceite de palma crudo sin refinar, sin blanquear (Manorama et al., 1996, 1997) y como aceite de palma desgomado, deacidificado y con destilación de paso corto para remover ácidos grasos libres sin destruir los carotenoides (Loganathan, Ahmad, et al., 2020; Ojeda et al., 2017). Sin embargo, de este último proceso se retienen una parte de los fitonutrientes, aproximadamente un poco por encima del 80% pero no la totalidad de ellos (Cassiday, 2017; Ooi et al., 1998), razón por la cual esta investigación se interesa por obtener un permeado que conserve los fitonutrientes y remueva aquellos compuestos que principalmente se encuentren asociados con la mala percepción sensorial del aceite.

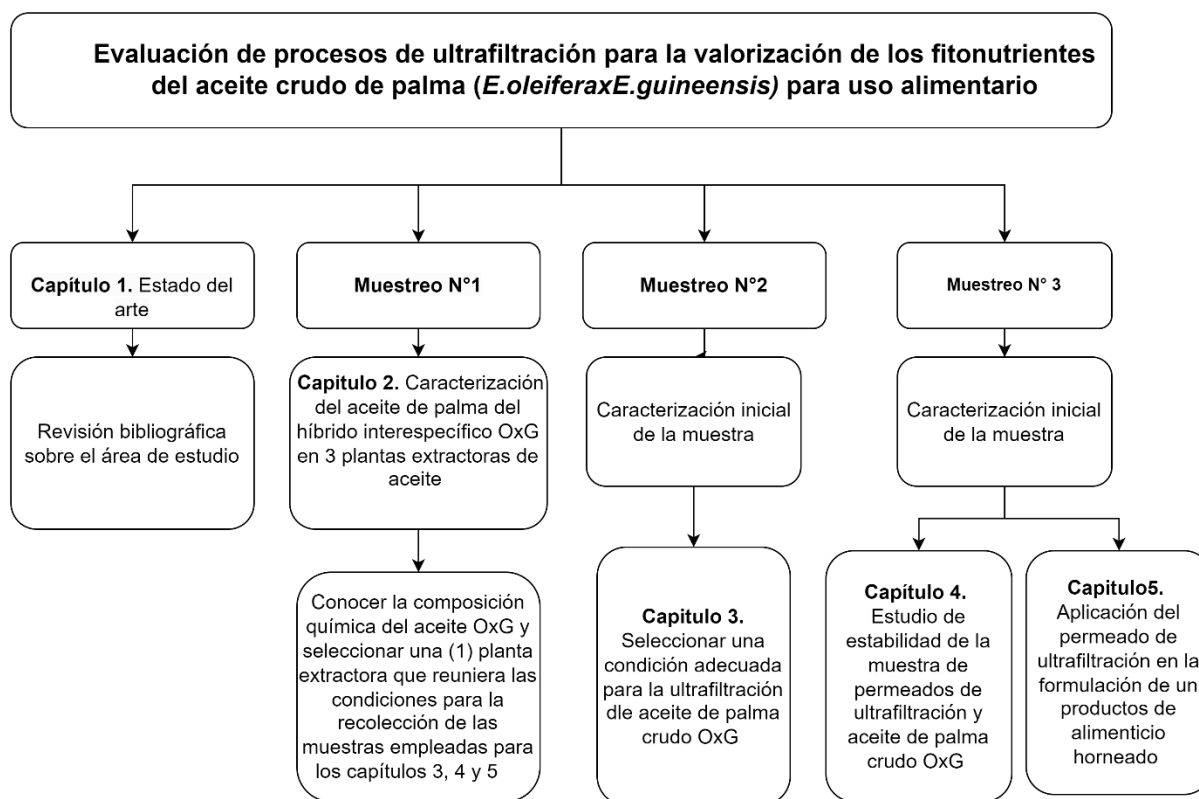
A nivel nacional, la **Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite - Cenipalma** ha realizado un esfuerzo por generar conocimiento alrededor del híbrido interespecífico OxG y la valorización de sus fitonutrientes, una tarea que aún se encuentra en construcción y que, con la formulación y desarrollo de esta tesis doctoral en conjunto, se está proponiendo una alternativa innovadora para la valorización de estos compuestos.

El objetivo general de esta investigación fue evaluar procesos de ultrafiltración para la valorización del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario, el cual fue dividido en tres objetivos específicos:

- Evaluar la composición de α - y β - caroteno, α - tocoferol, α -, β -, γ -, β - tocotrienoles en el aceite de palma del híbrido *E. oleifera* × *E. guineensis*.
- Estudiar las condiciones de proceso empleando tecnologías de membranas para la valorización de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles del aceite crudo de palma del cruce interespecífico O × G.

- Analizar y modelar el comportamiento de la degradación de los fitonutrientes evaluados.

A lo largo de este documento, se encuentra el desarrollo de cada uno de estos objetivos en los siguientes capítulos como se observa en el diagrama: **Capítulo 1** enfocado en contextualizar hacia el estado del arte de los fitonutrientes del aceite de palma, características del híbrido interespecífico O×G y tecnologías de membranas. El **Capítulo 2**, comprende la caracterización fisicoquímica del aceite. El **Capítulo 3** está enfocado hacia la evaluación de las condiciones de ultrafiltración del aceite crudo empleando el prototipo de tecnologías de membranas desarrollado para esta investigación en el desgomado del aceite, el **Capítulo 4** presenta un estudio de estabilidad de cada uno de los carotenoides, Tocs y T3s en las permeaciones de ultrafiltración frente al aceite crudo y finalmente el **Capítulo 5**, se muestra la aplicación de este aceite ultrafiltrado en el desarrollo un producto alimenticio horneado.



Bibliografía

Amado, M. A. (2010). Seguimiento a las pérdidas de fitonutrientes durante el proceso de refinación del aceite de palma. Universidad Nacional de Colombia.

Ayala-Díaz, I., & Romero, H. M. (2019). Cultivares Híbrido OxG y la reactivación productiva de zonas con problemáticas de PC. XV Reunión Técnica Nacional de Palma de Aceite, 39.

Boynueğri, P., Yemişcioğlu, F., & Gümüşkesen, A. S. (2017). Effect of membrane degumming conditions on permeate flux and phospholipids rejection. *GIDA. The Journal of Food*, 42(5), 597–602. <https://doi.org/10.15237/gida.GD17053>

Cassiday, L. (2017). Red Palm Oil. AOCS, The American Oil Chemists' Society, 1–1.

Cooman, A. (2023). Presentación. In Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite (pp. 9–10). Corporación Centro de investigación en Palma de Aceite, Cenipalma. <https://doi.org/10.56866/9789588360959.00>

Corley, R. H. V., & Tinker, P. B. (2016). The oil palm (Fifth edit). Wiley Blackwell.

Dong, S., Xia, H., Wang, F., & Sun, G. (2017). The effect of red palm oil on vitamin A deficiency :a meta-analysis of randomized controlled trials. *Nutrients*, 9(1281), 1–15. <https://doi.org/10.3390/nu9121281>

Fortune Business Insights. (2022). Natural Vitamin E Market Size, Share & Industry Analysis, by Type (Tocopherols, and Tocotrienols), Application (Dietary Supplements, Food and Beverage, Cosmetics, and Others), and Regional Forecasts 2019 - 2026. <https://www.fortunebusinessinsights.com/industry-reports/natural-vitamin-e-market-101591>.

Gharby, S. (2022). Refining vegetable oils: Chemical and physical refining. In *Scientific World Journal* (Vol. 2022). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2022/6627013>

González Díaz, A., Ayala Díaz, I., Díaz Rangel, C., Rada Bula, A., Chaparro Triana, D., Varón Cárdenas, D., García Nuñez, J., & Mauricio Romero, H. (2023). Capítulo XVII. Calidad y potenciales usos del aceite de palma extraído de cultivares híbridos

interespecíficos OxG. In Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite (Vol. 1, pp. 503–552).

Hafidi, A., Pioch, D., & Ajana, H. (2005). Membrane-based simultaneous degumming and deacidification of vegetable oils. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 6(2), 203–212. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2004.12.001>

Hern, M., Id, O., Quintanilla-carvajal, X., Id, O., & Article, O. (n.d.). Design of high-oleic palm oil nanoemulsions suitable for drying in refractance window™. 0–2. <https://doi.org/10.1111/jfpp.15076>

ICBF. (2015). Encuesta Nacional de la Situación Nutricional ENSIN 2015. 58. <https://doi.org/9789586231121>

Ismail, A. H., Wongsakul, S., Ismail-Fitry, M. R., Rozzamri, A., & Yussoff, M. (2020). Physical properties and sensory acceptance of red palm olein-based low-fat ice cream added with guar gum and xanthan gum as stabilizers. 4(September). [https://doi.org/10.26656/fr.2017.4\(6\).229](https://doi.org/10.26656/fr.2017.4(6).229)

Jaeger de Carvalho, L. M., Barros Gomes, P., de Oliveira Godoy, R. L., Pacheco, S., Fernandes do Monte, P. H., Viana de Carvalho, J. L., Nutti, M. R., Lima Neves, A. C., Rodrigues Alves Vieira, A. C., & Ramalho Ramos, S. R. (2012). Total carotenoid content, α -carotene and β -carotene, of landrace pumpkins (*Cucurbita moschata* Duch): A preliminary study. *Food Research International*, 47, 337–340.

Kang, G., & Cao, Y. (2014). Application and modification of poly (vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – A review. *Journal of Membrane Science*, 463, 145–165. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2014.03.055>

Lima, J. G. de, Brito-Oliveira, T. C., & Pinho, S. C. de. (2016). Characterization and evaluation of sensory acceptability of ice creams incorporated with beta-carotene encapsulated in solid lipid microparticles. *Food Science and Technology (Brazil)*, 36(4), 664–671. <https://doi.org/10.1590/1678-457X.13416>

Loganathan, R., Ahmad, A., Ratna, S., & Kim, T. (2020). Thermal stability and sensory acceptance of cupcakes containing red palm olein. *Journal of Oleo Science*, June, 1–6. <https://doi.org/10.5650/jos.ess19253>

Manorama, R., Brahman, G. N. V., & Rukmini, C. (1996). Red palm oil as a source of beta carotene for combating vitamin A deficiency. *49*, 75–82.

Manorama, R., Sarita, M., & Rukmini, C. (1997). Red palm oil for combating vitamin A deficiency. *Asia Pacific J Clin Nutr*, *6*(1), 56–59.

Markets and Markets. (2022). Phytonutrients market by type (carotenoids, phytosterols, flavonoids, phenolic compounds, and vitamin E), application (food & beverage, feed, pharmaceutical, and cosmetic), source, & by region - Global Trends and Forecast to 2020. *Phytonutrients Market*. <https://www.marketsandmarkets.com/Market-Reports/phytonutrients-market-1101.html>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015a). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, *10*, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015b). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, *10*, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Ministerio de Salud y Protección Social, C. (2015). Estrategia nacional para la prevención y control de las deficiencias de micronutrientes en Colombia 2014-2021. In Ministerio de Salud y Protección Social. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>

Mohammad, A. W., Teow, Y. H., Ang, W. L., Chung, Y. T., Oatley-Radcliffe, D. L., & Hilal, N. (2015). Nanofiltration membranes review: Recent advances and future prospects. *Desalination*, *356*, 226–254. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2014.10.043>

Mondragón Serna, A., García Nuñez, J., Baena Santa, M. A., Gonzalez Días, A., & Rada Bula, A. (2023). Capítulo XVIII. Aspectos Nutricionales y beneficios sobre la salud humana del consumo de aceite de palma extraído de los cultivares híbridos interespecíficos OxG. In *Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite* (Vol. 1, pp. 553–590).

Ninčević Grassino, A., Rimac Brnčić, S., Badanjak Sabolović, M., Šic Žlabur, J., Marović, R., & Brnčić, M. (2023). Carotenoid Content and Profiles of Pumpkin Products and By-Products. *Molecules*, *28*(2). <https://doi.org/10.3390/molecules28020858>

Noor Hidayu, B. O. (2014). A process for degumming of crude palm oil. Patent. International Publication Number WO 2014/058294 A1.

Ochoa, N., Pagliero, C., Marchese, J., & Mattea, M. (2001). Ultrafiltration of vegetable oils. Degumming by polymeric membranes. *Separation and Purification Technology*, 22–23, 417–422. [https://doi.org/10.1016/S1383-5866\(00\)00178-7](https://doi.org/10.1016/S1383-5866(00)00178-7)

Ojeda, M., Borrero, M., Sequeda, G., Diez, O., Castro, V., García, Á., Ruiz, Á., Pacetti, D., Frega, N., Gagliardi, R., & Lucci, P. (2017). Hybrid palm oil (*Elaeis oleifera* × *Elaeis guineensis*) supplementation improves plasma antioxidant capacity in humans. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 119(2), 1–8. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201600070>

Ooi, C. K., Choo, Y. M., Yap, S. C., & Ma, A. N. (1998). Refinación del aceite rojo de palma * Refining of red palm oil. *Palmas*, 19(1), 61–67.

Ordóñez-Santos, L. E., Esparza-Estrada, J., & Vanegas-Mahecha, P. (2021). Ultrasound-assisted extraction of total carotenoids from mandarin epicarp and application as natural colorant in bakery products. *LWT*, 139. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2020.110598>

Rada-Bula, García-Nuñez, J. A., Muvdi-Nova, C. J., & Díaz-Moreno, C. (2023). Membrane technologies in the oil industry and their potential application for the recovery of phytonutrients from palm oil. *Journal of Oil Palm Research*, 35(2), 217–235. <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069>

Raederstorff, D., Wyss, A., Calder, P. C., Weber, P., & Eggersdorfer, M. (2015). Vitamin E function and requirements in relation to PUFA. In *British Journal of Nutrition* (Vol. 114, Issue 8, pp. 1113–1122). Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/S000711451500272X>

Rajarajan, G. (2019). Development of Carotene Enriched Functional Ice Cream. *International Journal of Livestock Research*, 0, 1. <https://doi.org/10.5455/ijlr.201807111110826>

Resolución N°810 de. (2021). Por la cual se establece el reglamento técnico sobre los requisitos de etiquetado nutricional y frontal que deben cumplir los alimentos envasados o empacados para consumo humano.

Riaz, M., Zia-Ul-Haq, M., & Dou, D. (2021). Chemistry of Carotenoids. In *Carotenoids: Structure and Function in the Human Body* (pp. 43–76). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-46459-2_2

Ricaurte, L., Perea-Flores, M. D. J., Martinez, A., & Quintanilla-Carvajal, M. X. (2016). Production of high-oleic palm oil nanoemulsions by high-shear homogenization (microfluidization). *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 35(April), 75–85. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2016.04.004>

Rifqi, M., Setiasih, I. S., & Cahayana, Y. (2020). Total β -carotene of β -carotene carrot powder (*Daucus Carota* L.) encapsulation result. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 443(1). <https://doi.org/10.1088/1755-1315/443/1/012063>

Rodriguez-Amaya, D., & Kimura, M. (2004). HarvestPlus Handbook for Carotenoids Analysis. In *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board. Breeding Crops for Better Nutrition*. <https://doi.org/10.3141/2068-08>

Romero-Angulo, H. M. (2023). Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite (H. M. Romero-Angulo, Ed.; Vol. 1). Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite, Cenipalma.

Saini, R. K., Nile, S. H., & Park, S. W. (2015). Carotenoids from fruits and vegetables: Chemistry, analysis, occurrence, bioavailability and biological activities. *Food Research International*, 76, 735–750. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.07.047>

Shahidi, F., & De Camargo, A. C. (2016). Tocopherols and tocotrienols in common and emerging dietary sources: occurrence, applications, and health benefits. *International Journal of Molecular Sciences*, 17(10). <https://doi.org/10.3390/ijms17101745>

Singh, T., Pandey, V. K., Dash, K. K., Zanzwar, S., & Singh, R. (2023). Natural bio-colorant and pigments: Sources and applications in food processing. *Journal of Agriculture and Food Research*, 12. <https://doi.org/10.1016/j.jafr.2023.100628>

Sontag, T. J., & Parker, R. S. (2007). Influence of major structural features of tocopherols and tocotrienols on their ω -oxidation by tocopherol- ω -hydroxylase. *Journal of Lipid Research*, 48(5), 1090–1098. <https://doi.org/10.1194/jlr.M600514-JLR200>

Souganidis, E., Laillou, A., Leyvraz, M., & Moench-pfanner, R. (2013). A Comparison of Retinyl Palmitate and Red Palm Oil β -Carotene as Strategies to Address Vitamin A Deficiency. 3257–3271. <https://doi.org/10.3390/nu5083257>

Sundram, K., Sambanthamurthi, R., & Tan, Y. (2003). Palm fruit chemistry and nutrition. *Asia Pacific Journal Clinic Nutrition*, 12(3), 355–362.

Swami, S. B., Ghgare, S. N., Swami, S. S., Shinde, K. J., Baban Kalse, S., & Lakhichand Pardeshi, I. (2020). Natural pigments from plant sources: A review. *The Pharma Innovation Journal*, 9(10), 566–574. <http://www.thepharmajournal.com>

Szewczyk, K. (2020). Potential natural sources of tocopherols and tocotrienols and possibilities their use in the food industry. *Technological Progress in Food Processing*, 1, 139–147.

Szewczyk, K., Chojnacka, A., & Górnicka, M. (2021). Tocopherols and tocotrienols—bioactive dietary compounds; what is certain, what is doubt? *International Journal of Molecular Sciences*, 22(12). <https://doi.org/10.3390/ijms22126222>

Tan, C. H., Lee, C. J., Tan, S. N., Poon, D. T. S., Chong, C. Y. E., & Pui, L. P. (2021). Red palm oil: A review on processing, health benefits and its application in food. *Journal of Oleo Science*, 70(9), 1201–1210. <https://doi.org/10.5650/jos.ess21108>

U.S. Food & Drug Administration. (2020). SCOGS (Select Committee on GRAS Substances).

Ziegler, M., Wallert, M., Lorkowski, S., & Peter, K. (2020). Cardiovascular and metabolic protection by vitamin E: A matter of treatment strategy? In *Antioxidants* (Vol. 9, Issue 10, pp. 1–40). MDPI. <https://doi.org/10.3390/antiox9100935>

1. Estado del arte - Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario

En este primer capítulo se realiza una revisión de literatura sobre la composición química del aceite de palma, en especial de los componentes menores como carotenoides, Tocs y T3s, su actividad biológica y posibles aplicaciones en la industria alimentaria. Seguido, se muestra las aplicaciones de las tecnologías de membranas, específicamente en la industria de aceites. Esta parte de la información fue tomada del artículo de revisión producto de esta investigación y publicado en el *Journal of Oil Palm Research* (Anexo A. DOI: <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069>). Finalmente, al final de este capítulo se muestra la revisión de literatura relacionada con estudios de estabilidad realizados en aceites, enfocado hacia el aceite de palma.

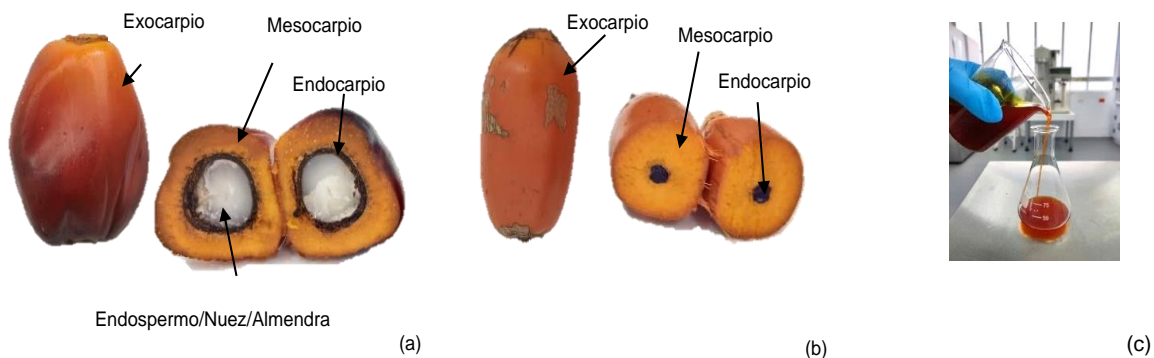
1.1 Características del cruce interespecífico O × G

El cruce interespecífico O × G corresponde al cruzamiento entre las dos especies existentes de palma de aceite: *Elaeis oleifera* (H.B.K.) Cortés, también conocida como palma americana y la especie *Elaeis guineensis* Jacq. (Cayón-Salinas et al., 2022) (Figura 1-1), conocida como palma africana (Bastidas et al., 2013; Cayón-Salinas et al., 2022). Este cruce surge de la necesidad de tener materiales que presenten ventajas productivas morfoagronómicas como la morfología del fruto, número y peso de los racimos, rendimiento en la extracción de aceite (uno de los principales limitantes de su progenitores (*E. oleifera*) (Fedepalma, 2016), calidad del aceite con relación al contenido de triglicéridos, tocoferoles, tocotrienoles y carotenoides (Alberto et al., 2014; Mozzon et al., 2020), alta rusticidad y principalmente resistencia a enfermedades, como la Pudrición del Cogollo, el cual es el

14 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleifera* × *E. guineensis*) para uso alimentario

problema fitosanitario más relevante, usualmente de su congénere *E. guineensis*, el cultivar tradicional en el país (Bastidas et al., 2013; Cadena et al., 2013; Mondragón Serna & Pinilla Betancourt, 2015).

Figura 1-1. (a) Fruto y corte transversal de la palma de aceite (*E. guineensis*). (b) Fruto y corte transversal de híbrido de palma de aceite (O×G). (c) Coloración rojo-naranja del aceite de palma de híbrido de palma O×G.



El proceso de formación de racimo de híbrido se desarrolla a partir de la polinización asistida, con la liberación controlada de polen de la especie *E. guineensis* sobre inflorescencias femeninas de la especie *E. oleifera*. Como resultado de este proceso, se obtienen tantos frutos normales, es decir, frutos con semilla como frutos partenocárpico, es decir, sin semillas. Sin embargo, para ambos casos, éstos se procesan y se obtiene el aceite a partir del mesocarpium del fruto (Figura 1-1 (c)) (Daza et al., 2017). Existen diferentes variedades de producto del retrocruce de material *E. oleifera*: Coarí, Manaos, Taisha, Brasil, Perú, Surinam, entre otros con material *E. guineensis*: La Mé, AVROS, Compacta, Ekona, Djongo, por mencionar algunos (Ayala-Díaz & Romero, 2019).

Cada cruce presenta un comportamiento diferente desde las aptitudes agronómica hasta los frutos obtenidos en racimo, con una composición química definida (Prada et al., 2011), por consiguiente, la caracterización de estos materiales aún es un conocimiento en

construcción. De las variedades desarrolladas genéticamente de OxG, la variedad Coarí x La Mé es el que en la actualidad se encuentra mayormente cultivada en Colombia (Ayala-Díaz & Romero, 2019).

Desde el punto de vista de procesamiento, los principales productos de la cadena de la palma, se destacan el aceite y la almendra, éste último para el caso de *E. guineensis*, que representan respectivamente el 21% y 5% del racimo de fruto fresco (RFF) (García N. & Yañez A., 2010). El aceite de palma proviene del prensado mecánico del mesocarpio del fruto de la palma, el cual presenta compuestos de interés nutricional como los Tocs, T3s y carotenoides, siendo éstos últimos los responsables de la coloración rojo-naranja característico de este aceite (Figura 1-2) (Dong et al., 2017; Rada-Bula et al., 2023). Estos compuestos son denominados por algunos autores como compuestos menores del aceite crudo de palma o micronutrientes (Corley & Tinker, 2016b; Mba et al., 2015b, 2017; Sundram et al., 2003b).

La composición química general del aceite crudo de palma, es decir, cualquier aceite crudo proveniente del mesocarpio o pulpa del fruto de palma indistintamente de su especie o cruce, que de ahora en adelante lo denominaremos como Aceite de Palma Crudo (APC), puede variar debido a condiciones intrínsecas y extrínsecas del cultivar; intrínsecas como: (1) especie y variedad del cual se extrae el aceite de palma, (2) parentales, cruce entre especie (3) edad de la palma y características extrínsecas como: (1) nutrición, (2) tipo de suelo, (3) tiempo de maduración del fruto y (4) exposición a la luz solar (Romero-Angulo, 2023). Todas estas condiciones, se encuentran asociadas a la biosíntesis de algunos de estos compuestos, principalmente los carotenoides, cuyo contenido también se puede encontrar sujeto a la exposición de la planta a la luz solar, en donde es requerido generar compuestos que ofrezcan un efecto fotoprotector sobre el fruto, el cual es responsabilidad de los carotenoides (Bastidas et al., 2013; Saini et al., 2015; Yaakob & Chin-Ping, 2003).

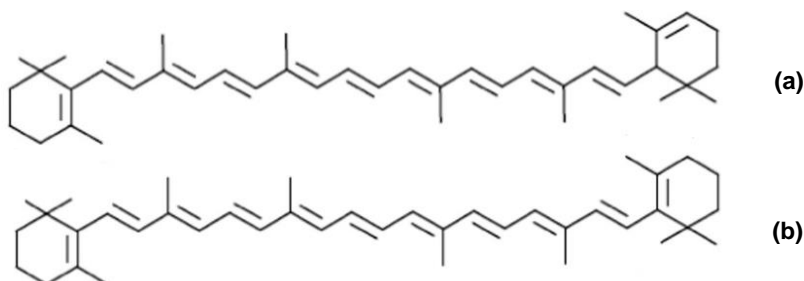
1.2 Fitonutrientes en el aceite de palma

1.2.1 Carotenoides

Los carotenoides se clasifican en dos grupos, de acuerdo con el grupo funcional: carotenos, que contienen solo cadenas de hidrocarbóno como el α – caroteno, β - caroteno y licopeno; y los oxicarotenoides o xantofilas que contienen oxígeno como grupo funcional,

destacándose la luteína y la zeaxantina (Saini et al., 2015; Yaakob & Chin-Ping, 2003). Se pueden obtener a través de fuentes naturales, síntesis química o por biosíntesis microbiana (R. V. Singh & Sambyal, 2022), la ruta sintética se obtiene a través de derivados del β -ionona. La actividad provitamina A de esta molécula se les atribuye a los dos anillos del β -ionona al final de la estructura, como ocurre con el α -caroteno y β - caroteno (Nagarajan et al., 2017), sin embargo, pese a las ventajas que notablemente puede presentar la producción de caroteno sintético por el alto grado de pureza y rendimientos del proceso, se ha demostrado que éste puede tener efectos tóxicos, cancerígenos y teratogenicidad (Nagarajan et al., 2017), por lo que la obtención de este compuesto de fuentes de origen natural es una tendencia que está en crecimiento (Nagarajan et al., 2017).

Figura 1-2. Estructura química de (a) α – Caroteno; (b) β – Caroteno



Fuente: (Khalid et al., 2019)

Tabla 1-1. Contenido de carotenoides presentes en el APC.

Isómero	Mba et al. (2015)	(Sundram et al., 2003b)
	(%)	(%)
α -caroteno	30,0 – 35,2	36,2
Cis- α -caroteno	-	-
β -caroteno	50,0, 56,0	54,4
γ -caroteno	-	3,3
Licopeno	1,0 – 1,3	3,8

1.2.2 Tocoferoles (Tocs) y tocotrienoles (T3s)

Los tocoferoles (Tocs) y tocotrienoles (T3s) son colectivamente denominados como vitamina E y presenta las isoformas: α -, β -, γ -, δ - (Iriás-Mata et al., 2017; Szewczyk et al., 2021; Zainal et al., 2022). Cada uno de estos prefijos, indican el número y posición de los grupos metilos sustituidos en el anillo cromanol (Lee et al., 2022)(Figura 1-3 y Tabla 1-2).

Figura 1-3. Estructura de los tocoferoles y tocotrienoles.

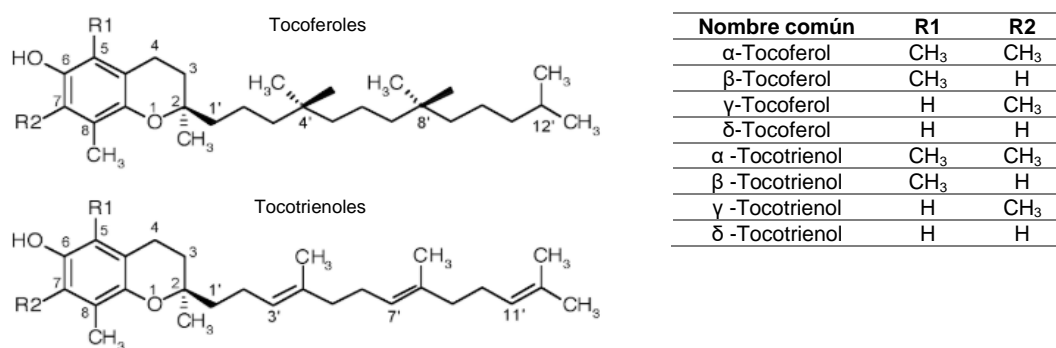


Tabla 1-2. Concentración de tocoles en el aceite crudo de palma.

Compuesto	Mba et al. (2015) (mg/kg)	Mba et al. (2017)(mg/kg)
Tocoferoles		
α -Tocoferol	129,0 – 215,0	150,0
β -Tocoferol	22,0 – 37,0	11,82
γ -Tocoferol	19,0 – 32,0	255,9
δ -Tocoferol	10,0 – 16,0	38,4
Total de tocoferoles	500,0 – 600,0	456,1
Tocotrienoles		
α -Tocotrienol	44,0 – 73,0	152,3
β -Tocotrienol	44,0 – 73,0	15,35
γ -Tocotrienol	262,0 – 437,0	320,11
δ -Tocotrienol	70,0 – 117,0	45,01
Total de Tocotrienoles	1000,0 – 1200,0	532,7

1.2.3 Importancia biológica de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles

Los carotenoides y los Tocs y T3s son necesarios dentro de la dieta diaria por su importante actividad biológica, los carotenoides como provitamina A y los Tocs y T3s por ser vitamina E (Amorim-Carrilho et al., 2014; Saini & Keum, 2016), cumplen funciones altamente evidenciables sobre la salud humana como inhibidor de algunos tipos de cáncer, enfermedades oculares (Dong et al., 2017), efecto antioxidante e inhibidores de factores de riesgo de enfermedades cardiovasculares (González-Díaz et al., 2021; Mondragón Serna et al., 2023; Stephens et al., 1996), respectivamente.

Se ha evidenciado la influencia de los carotenoides en el tratamiento de enfermedades crónicas, en especial porque actúa como antioxidante o neutralizador de especies reactivas de oxígeno, en especial oxígeno singlete, producto de algunas reacciones metabólicas a nivel celular y que son responsables del daño de moléculas como DNA, proteínas y carbohidratos que desencadena el estrés oxidativo (Nagarajan et al., 2017).

De los isómeros, de carotenoides, el β -caroteno presenta mayor conversión en retinol que el α -caroteno: 1 mol de β -caroteno produce dos moles de retinol, mientras que 1 mol de α -caroteno, es sólo la mitad de activo que el β -caroteno en este caso, de acuerdo con (Tang, 2014; Nagarajan et al., 2017). Sin embargo, pese a los efectos positivos para la salud que se evidencia en la ingesta de carotenoides, existen enfermedades en el cual su efecto puede ser adverso, por ejemplo, en el cáncer de pulmón ya que el humo del cigarrillo causa un alto estrés oxidativo en los pulmones, desencadenando un comportamiento, para este caso, prooxidante del β - caroteno (Gallicchio et al., 2008; Nagarajan et al., 2017). Con relación a la biodisponibilidad de este compuesto, algunos estudios sugieren que la ingesta de carotenoides en suspensiones oleosas o de alimentos procesados, tienen mayor biodisponibilidad que en las frutas crudas (Hof et al., 2000).

Los tocoles por su parte son todas las isoformas de Tocs y T3, presentan actividad antioxidante y contribuyen a la inhibición de la oxidación de ácidos grasos poliinsaturados, en especial a nivel celular, en aquellas células cuyas membranas tienen un alto contenido de ácidos grasos poliinsaturados como DHA y ácido araquidónico (AA) como ocurre en el cerebro, retina y otros (Raederstorff et al., 2015). En este caso, la vitamina E contribuye a eliminar radicales libres, específicamente a través del grupo 6 – hidroxilo del anillo de

cromanol que es el sitio activo para la eliminación de estos compuestos (Raederstorff et al., 2015). Después que la vitamina E reacciona con los radicales peroxilos, se forma, para el caso del α -tocoferol, un α -tocoferoxilo que, debido a su estabilidad, es incapaz de seguir reaccionando y por consiguiente interrumpe la cadena de reacciones sucesivas de oxidación (Raederstorff et al., 2015).

Cada isómero de Tocs presentan tres centros quirales: C2', C4' y C8', los cuales presentan configuración R y S, resultado ocho posibles combinaciones, es decir, ocho estereoisómeros (Szewczyk et al., 2021). De estos isómeros, el RRR- α -tocoferol, es decir, la forma natural del α -tocoferol, presenta mayor bioactividad *in vivo* en el organismo humano debido a que las 8 isoformas presentan una tasa de retención en el organismo (Szewczyk, 2020; Szewczyk et al., 2021). En este caso, el α -tocoferol se acumula en los tejidos celulares, mientras las otras isoformas son absorbidas y luego secretadas por el organismo, por este motivo el α -tocoferol es la isoforma considerada como vitamina E (Raederstorff et al., 2015).

Aproximadamente el 39,2% de los ácidos grasos del aceite de palma corresponde a ácido oleico, el mayoritario de los ácidos grasos insaturados en esta matriz para el caso de *E. guineensis* (Tabla 1-3). También se encuentran monoacilglicéridos, diacilglicéridos, fosfolípidos, esteres y esteroides, hidrocarburos, alcoholes alifáticos, esteroides (Sundram et al., 2003a), ubiquinonas, escualeno, (Mba et al., 2015a) y fragmentos de proteínas (Amado, 2010b; Corley & Tinker, 2016a).

Tabla 1-3. Composición de ácidos grasos en el aceite de palma crudo.

Composición de ácidos grasos	Promedio (%)	Rango (%) (O'Brien, 2010)	Rango (%) (Firestone, 2006)
Ácido láurico (C12:0)	0.0	0.1 – 1.0	0.0 – 0.4
Ácido mirístico (C14:0)	1.1	0.9 – 1.5	0.5 – 2.0
Ácido palmítico (C16:0)	44.0	41.8 – 46.8	40.0 – 48.0
Ácido palmitoleico (C16:1)	0.1	0.1 – 0.3	0.0 – 0.6
Ácido Estearico (C18:0)	4.5	4.5 – 5.1	3.5 – 6.5
Ácido oleico (C18:1)	39.2	37.3 – 40.8	36.0 – 44.0
Ácido linoleico (C18:2)	10.1	9.1 – 11.0	6.5 – 12.0
Ácido linoleínico (C18:3)	0.4	0.4 – 0.6	0.0 – 0.5
Ácido araquidónico (C20:0)	0.4	0.2 – 0.7	0.0 – 0.1

Fuente: (Mba et al., 2015a).

Estos compuestos, junto con algunos propios de su composición química como los fosfolípidos pueden generar malos olores y sabores dentro del aceite, incluso, reducir su vida útil al favorecer reacciones de oxidación por lo que son retirados a través de procesos de refinación del aceite (Gharby, 2022; Noor Hidayu, 2014). Dentro de estos compuestos, se detallará un poco más los fosfolípidos que son los compuestos de interés en esta investigación.

1.2.4 Fosfolípidos

Los fosfolípidos son compuestos polares, pues en su molécula contienen una parte hidrófila y otra hidrófoba, son diacilglicéridos en el cual, el glicerol se encuentra esterificado a una molécula de ácidos fosfórico que, a su vez, se enlaza a una base nitrogenada que puede ser colina o etanolamina. Estos compuestos pueden funcionar como prooxidantes o como antioxidantes, dependiendo de su concentración (Badui, 2006). Se estima que el APC presenta concentraciones entre 8,0 a 15,0 ppm, aproximadamente (Hew et al., 2020; Noor Hidayu, 2014) cuyo rango depende de las características intrínsecas y extrínsecas de los cultivos y de las condiciones de procesamiento del fruto en la planta de beneficio. A nivel industrial en refinerías, estos compuestos son retirados a través de la adición de 0,1 – 0,4% de ácido fosfórico a 90 – 110°C (Corley & Tinker, 2016b), lo que implicaría un alto consumo energético y de insumos en su proceso.

1.3 Tecnologías de membranas

1.3.1 Proceso de separación con tecnologías de membranas

El proceso de filtración con membranas consiste en la aplicación de una fuerza motriz sobre un flujo de alimentación de una solución alta de solutos, en este caso, aceite, que permite la separación de moléculas o componentes principalmente de acuerdo con su tamaño molecular (de Morais Coutinho et al., 2009; Rada-Bula et al., 2023) a través de una membrana, de esta manera, se obtienen dos fases separadas, una denominada retenido o concentrado y otra correspondiente al permeado o filtrado (Doran, 2013a; Rada-Bula et al., 2023). De acuerdo con esto, se conoce la microfiltración, la ultrafiltración y la nanofiltración (Rada-Bula et al., 2023; Solís et al., 2017), procesos por los cuales se

separan componentes de acuerdo a su peso molecular, bajo un rango de presión específica: 0.025 - 10 μm a presiones < 0.2 MPa; partículas entre 1 - 300 kDa a presión > 1 MPa y partículas entre 350 Da - 1000 Da a presiones de 1 MPa - 4 MPa, respectivamente (Tabla 3) (R. W. Baker, 2004a; de Morais Coutinho et al., 2009a; Nakao, 1994; Rada-Bula et al., 2023).

1.3.2 Consideraciones importantes en el proceso de filtración

De acuerdo con lo expuesto en los estudios (Belfort, Davis and Zydney, 1994; Baker, 2004; de Morais Coutinho et al., 2009; Doran, 2013; Pérez and Labanda, 2013; Chew, Kilduff and Belfort, 2020), durante el proceso de filtración por membranas deben considerarse los siguientes parámetros que permiten estimar el desempeño del proceso (Rada-Bula et al., 2023):

Coefficiente de retención (R): mide la tasa de retención del soluto durante la filtración (%), donde C_P corresponde a la concentración del soluto en el permeado y C_R a la concentración del soluto en el retenido y puede ser expresado de la siguiente manera (Rada-Bula et al., 2023):

$$R = \frac{C_R - C_P}{C_R} = 1 - \frac{C_P}{C_R} = 100 \left(1 - \frac{C_P}{C_R} \right) \quad (1.1)$$

Flujo de permeado (J) o Flux: mide el flujo volumétrico (F_P) del permeado obtenido durante el proceso por área (A) (m^2) en función del tiempo (h) (ARada-Bula et al., 2023).

$$J = \frac{F_P}{A} \quad (1.2)$$

También se puede determinar empleando la ley de Darcy para los casos en los que haya lugar la formación de una torta debido a la alta concentración de solutos sobre la superficie de la membrana, ofreciendo una resistencia adicional al flux (Rada-Bula et al., 2023):

$$J = \frac{1}{A} \frac{dV}{dt} = \frac{\Delta\rho}{\eta_o(R_m + R_c)} \quad (1.3)$$

Donde; J corresponde al flux, V al volumen total de permeado, A al área externa de la membrana, t al tiempo de filtración, $\Delta\rho$ a la caída de presión impuesta a través de la membrana y torta, R_m , la resistencia de la membrana y R_c , la resistencia que ofrece la torta (Rada-Bula et al., 2023).

22 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

Factor de concentración: relaciona la masa en el flujo de alimentación (M_A) al inicio del proceso y la masa en el retenido (M_R) al final del proceso (Rada-Bula et al., 2023):

$$F_C = \frac{M_A}{M_R} \quad (1.4)$$

Permeabilidad de la membrana (JV): relaciona el cociente del volumen del permeado (V) entre el área de permeación de la membrana (A), multiplicado por el tiempo de filtración (t) y por la presión de operación (P) (Rada-Bula et al., 2023)

$$JV = \frac{V}{A} t p \quad (1.5)$$

Presión de transmembrana (Δp): es la principal fuerza motriz que dirige el proceso de filtración a través de la membrana y corresponde al diferencial de presión entre la presión del flujo de alimentación (p_F) y la presión de salida del permeado (p_p) (Doran, 2013a; Rada-Bula et al., 2023), viene dado por:

$$\Delta p = p_F - p_p \quad (1.6)$$

Sin embargo, la fuerza motriz de filtración puede verse afectada por la presión osmótica de los solutos presentes en la alimentación, de esta manera, la expresión debe plantearse de la siguiente manera (Rada-Bula et al., 2023):

$$\Delta p = (p_F - p_p) - (\pi_F - \pi_p) \quad (1.7)$$

Donde π_F y π_p corresponde la presión osmótica de alimentación y presión osmótica de permeación, respectivamente y empleando la ecuación de van't Hoff puede ser calculada (Rada-Bula et al., 2023).

$$\pi = iCRT \quad (1.8)$$

Donde C es la concentración molar del soluto, R la constante de gases ideales, T , la temperatura absoluta, i , el número de iones que se forma a medida que la molécula se disocia (Rada-Bula et al., 2023).

1.3.3 Fouling y Polarización por concentración

Las membranas, tanto de microfiltración, ultrafiltración y nanofiltración, indistintamente del tipo de membrana empleada (hollow fiber, spiral wound, flat sheet, tubular y capillary) presentan inconvenientes durante los procesos de filtrado, que se pueden resumir en la polarización por concentración y en el ensuciamiento de la membrana o también denominado Fouling (Chew et al., 2020b; Mohammad et al., 2012; Rada-Bula et al., 2023).

La polarización por concentración ocurre cuando existe una acumulación de partículas presentes en la alimentación cercana a la membrana, que puede ser estimada por el parámetro Ψ (ec. 1.9), donde C_0 corresponde a la concentración de solutos en el flujo de alimentación, C_w a esta concentración posterior al *dead end-filtración* y R el coeficiente de retención (Rada-Bula et al., 2023).

$$\Psi = \frac{C_w}{C_0} - 1 = \frac{1}{1-R} \quad (1.9)$$

Para este caso, el flux de permeación vendría dado la ec. 1.10 (Rada-Bula et al., 2023).

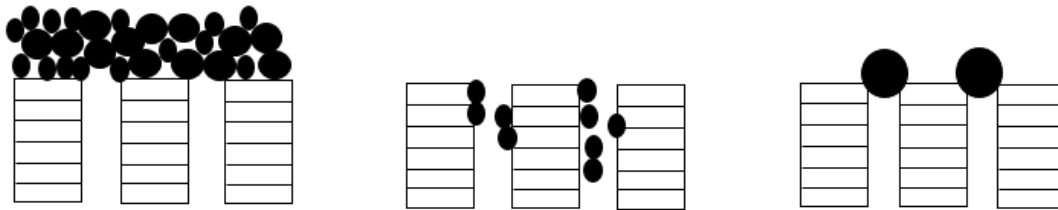
$$J = kln \frac{C_w - C_p}{C_0 - C_p} \quad (1.10)$$

Donde, C_p corresponde a la concentración de los solutos en el permeado (mol/L) y k la constante de transferencia de masa dado en cm/s (Chew et al., 2020a; Rada-Bula et al., 2023).

Con relación al Fouling, ésta ocurre por la interacción de los solutos suspendidos en el flujo de alimentación con la membrana (Chew et al., 2020a; Rada-Bula et al., 2023), en donde, factores como el tamaño de los solutos suspendidos, la hidrofobicidad, punto isoeléctrico, movimiento Browniano, Fuerzas de Van der Waals, carga electrostática, la interacción ácido-base de Lewis e incluso características propias del sistema de operación, régimen de flujo (laminar o turbulento) son factores que afectan su formación (Kilduff et al., 2002; Rada-Bula et al., 2023), así mismo, las características del flujo de alimentación y el tipo de filtración (*Dead end* o *Cross filtration*) (Rada-Bula et al., 2023). Aún así, para poder describir el comportamiento del Fouling hay que considerar la selectividad de la membrana, la capacidad (que hace referencia al flux de permeación por unidad de área y los fenómenos de transferencia de masa y momentum que están involucrados en el proceso (Chew et al., 2020a; Rada-Bula et al., 2023).

De manera general, existen 4 tipo: el ensuciamiento completo, intermedio, constricción del poro y formación de torta (Rada-Bula et al., 2023) (Figura 1-4).

Figura 1-4. (a) Formación de torta (n=0); (b) Constricción de poro (n=1,5), (c). Bloqueo Intermedio (n=1) – Bloqueo Completo (n=2) (Rada-Bula et al., 2023).



Fuente:Wenten et al., (2019); Chew, Kilduff and Belfort, (2020). Tomado de A. I. Rada-Bula et al.,(2023)

Para cada uno de los casos se puede aplicar el modelo de *Hermia*, el cual puede describir el comportamiento del flux de permeado con relación al tiempo (Aryanti et al., 2017):

$$\frac{d^2t}{dV^2} = k \left(\frac{dt}{dV} \right)^n \quad (1.11)$$

Donde, t corresponde al tiempo de filtración, V el volumen de permeado, n , el índice o tipo de Fouling, que puede ser asumido de acuerdo con lo presentado en la Figura 1-4. La tabla 1-4 muestra los diferentes modelos para caso de ensuciamiento de la membrana (Rada-Bula et al., 2023).

Tabla 1-4. Modelo de flux para cada tipo de ensuciamiento que se puede presentar durante el proceso de filtración Tipo de ensuciamiento.

Modelos		
Bloqueo completo del poro (n=2)	$\ln J = \ln J_0 - k_c t$	(1.12)
Bloqueo intermedio del poro (n=1)	$\frac{1}{J} = \frac{1}{J_0} + k_i t$	(1.13)
Constricción del poro (n=1.5)	$\frac{1}{\sqrt{J}} = \frac{1}{\sqrt{J_0}} + k_s t$	(1.14)
Formación de torta (n=0)	$\frac{1}{J^2} = \frac{1}{J_0^2} + k_{cf} t$	(1.15)

k_c, k_i, k_s, k_{cf} corresponden a las respectivas constantes para cada caso de ensuciamiento de la membrana. Fuente: (Ariono et al., 2018; Aryanti, Wardhani and Nafiunisa, 2018). Tomado de: (Rada-Bula et al., 2023)

Además de los modelos presentados, (Kilduff et al., (2002) y Chew, Kilduff and Belfort, (2020) en sus estudios resumen los modelos clásicos del comportamiento del flux de acuerdo con el grado o tipo de ensuciamiento y también los modelos clásicos cuando se emplea un *cross-filtración* y *dead filtration* (Rada-Bula et al., 2023). Nuevos modelos han sido planteados cuando los modelos clásicos no permiten explicar por completo el comportamiento del Fouling (Rada-Bula et al., 2023).

Con la finalidad de poder tener un comportamiento real del flux, se describe el modelo de resistencia en serie que considera la viscosidad (μ), la caída de presión (ΔP), la resistencia que ofrece la membrana (R_m), la resistencia que ofrece el Fouling (R_f) y una resistencia adicional debida a la polarización por concentración (R_c) (ec. 1.16), sin embargo, aunque se tenga estas consideraciones, debe tenerse en cuenta, por ejemplo, experimentaciones con técnicas de caracterización de la torta en tiempo real para poder entender el mecanismo molecular que ocurre durante el proceso de filtración y su dependencia con respecto al tiempo, que no necesariamente es comprendido en este modelo (Chew et al., 2020a; Rada-Bula et al., 2023).

$$J = \frac{\Delta P}{\mu(R_m + R_f + R_c)} \quad (1.16)$$

1.3.4 Modelos de transferencia de masa

Como una alternativa al modelo de resistencia en series, la polarización de la concentración puede ser medida en términos de la teoría de transferencia de masa o el efecto hidrodinámico de la capa límite, concebido en el *Film Theory* (Rada-Bula et al., 2023). Como se había mencionado antes, la polarización por concentración ocurre cuando hay una existe una acumulación de solutos cerca de la superficie de la membrana, pero, al mantener unas condiciones de flujo turbulento, la concentración de estos solutos puede mantenerse constante (C_B) (Rada-Bula et al., 2023). Cuando esto no ocurre, la mayor concentración de solutos se encuentra cerca a la pared de la membrana (C_w) (Rada-Bula et al., 2023). También durante este proceso debe considerarse el grosor de la concentración en la capa límite, δ , el cual consiste en el gradiente de concentración de estos solutos desde y hacia la membrana (Rada-Bula et al., 2023). Si se considera un estado estático, este comportamiento viene dado por la ecuación (1.17), donde se relaciona la tasa de transporte de solutos sobre la superficie de la membrana, menos, la tasa de transporte de solutos al permeado, menos la tasa de difusividad en la mayor

concentración de solutos en la capa límite, siguiendo la ley de Fick. De esta ecuación, C es la concentración en la capa límite, C_p la concentración en el permeado y D el coeficiente de difusión y la relación D/y el gradiente de concentración de solutos con relación a la distancia (y)(Rada-Bula et al., 2023).

$$JC - JC_p - D \frac{dC}{dy} = 0 \quad (1.17)$$

Si se integra la expresión se obtiene la ecuación (1.18) donde D/δ corresponde al coeficiente de transferencia de masa, que puede ser expresado como la ecuación (1.19) (Rada-Bula et al., 2023).

$$J = \frac{D}{\delta} \ln \left(\frac{C_w - C_p}{C_B - C_p} \right) \quad (1.18)$$

$$J = k \ln \left(\frac{C_w - C_p}{C_B - C_p} \right) \quad (1.19)$$

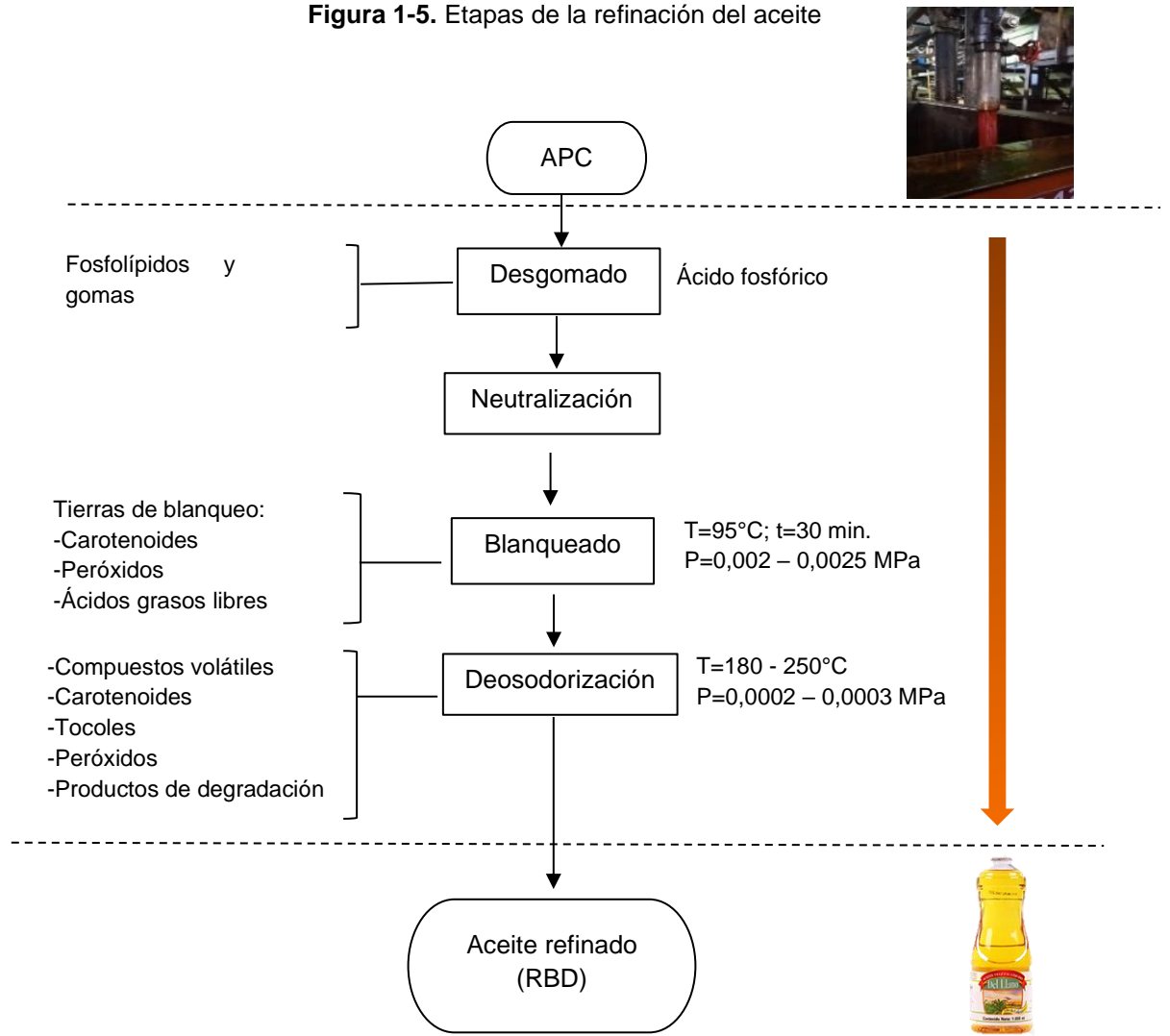
Para el caso en que la presión del proceso se eleve, concentración en la pared de la membrana (C_w) podría alcanzar un valor límite C_g que corresponde al gel de polarización que se forma en la superficie de la membrana quedando la expresión como se observa en la ecuación (1.20) (Rada-Bula et al., 2023).

$$J = k \ln \left(\frac{C_g}{C_B} \right) \quad (1.20)$$

1.4 Proceso de refinación del aceite

La refinación del aceite se desarrolla a través de etapas: la primera de ellas consiste en la remoción de fosfolípidos y gomas mucilaginosas, presentes en el aceite (etapa de desgomado), seguido de una etapa de neutralización para la eliminación principalmente de ácidos grasos libres (AGL), fosfolípidos, metales y clorofila, blanqueado para la remoción principalmente de pigmentos, es decir, compuestos carotenoides, incluso peróxidos y ácidos grasos libres y finalmente una desodorización para remover compuestos volátiles, carotenoides, tocoles, peróxidos, y algunos productos de degradación (Figura 1-5) (Gharby, 2022; Rada-Bula et al., 2023).

Figura 1-5. Etapas de la refinación del aceite



Fuente: Basado en Corley and Tinker, (2016). Tomado y modificado de: Rada-Bula et al., (2023).

El proceso de desgomado es uno de los primeros pasos en la refinación de aceites comestibles y consiste en eliminar los fosfolípidos y ceras del aceite crudo (Corley & Tinker, 2016b; Rada-Bula et al., 2023). Sin embargo, los fosfolípidos pueden formar emulsiones con el agua proveniente de la clarificación, lo que complica la separación y conduce a la deterioración y a una baja calidad del aceite (Doshi & Shah, 2018; Rada-Bula et al., 2023).

Asimismo, en la extracción de aceite de soja, solventes orgánicos como el hexano aumentan la probabilidad de formación de micelas inversas debido a la naturaleza surfactante de los fosfolípidos (Hou et al., 2020; Rada-Bula et al., 2023). Estas micelas

pueden alcanzar un peso molecular de 20,000 Da o más (Boynueğri et al., 2017), lo que simplifica el proceso de separación mediante la tecnología de membranas (Rada-Bula et al., 2023).

1.5 ¿Qué aplicaciones ha tenido la tecnología de membranas en la industria de aceites?

1.5.1 Microfiltración

La microfiltración permite la separación de sólido/líquido de coloides, micropartículas y macromoléculas con tamaño de partícula entre 0,1 y 10 μm (Rada-Bula et al., 2023). El desempeño del proceso podría variar de acuerdo con la presión transmembrana, velocidad del flujo, temperatura de alimentación, tamaño del poro de la membrana y concentración de sólidos. Bajo estas condiciones, la microfiltración permite la remoción de moléculas de gran tamaño como fosfolípidos, que tradicionalmente son retirados durante la refinación del aceite (Bernardo & Drioli, 2017; Rada-Bula et al., 2023).

Realizando una búsqueda por los principales bases de datos, se encuentra la aplicación de tecnologías de membranas para procesos como el desgomado se ha mantenido en el tiempo, y no se descarta como método efectivo para este proceso. A finales de los años 90 hubo una demanda por establecer procesos membranarios en esta fase (Rada-Bula et al., 2023). Producto de ello, se generaron algunas patentes como las reportadas por Bassam, Harapanahalli and Otten, (2001) quienes propusieron una membrana polimérica de poliacrilonitrilo de 0,3 μm de tamaño de corte (molecular weight cutoff – MWCO) con la finalidad de retirar fosfolípidos de la micela del aceite de soya, siendo la micela una mezcla de hexano y aceite producto del proceso de extracción (Rada-Bula et al., 2023). Los mismos autores, hacia el 2004, 2009 y 2014 también patentaron el uso de membranas de microfiltración de poliacrilonitrilo para separar compuestos específicos como lecitina de soya (Bassam et al., 2004, 2009, 2011). Para el caso del aceite de palma, (Azmi et al., 2015) evaluaron el uso de membranas de alcohol de polivinilo (PVA) y polifluoruro de vinilideno (PVDF) con la misma finalidad (Rada-Bula et al., 2023). De los resultados, se destaca que la naturaleza hidrofóbica de la membrana interviene significativamente en el proceso de remoción, así, las membranas de PVA al presentar una hidrofobicidad baja,

limita el proceso de separación de fosfolípidos, pero materiales como PVDF por presentar mayor hidrofobicidad podrían cumplir un buen papel en el proceso (Rada-Bula et al., 2023).

Pero la aplicación de microfiltración no sólo se limita a la remoción de fosfolípidos en el aceite, así mismo, conforme pasaron los años, los avances sobre este tema ha sido amplio y el desarrollo de nuevos materiales de membranas han abierto la posibilidad de explorar más (Rada-Bula et al., 2023). La afinidad entre los compuestos que se desea retirar o conservar es un factor importante dentro de la selección de una membrana (Rada-Bula et al., 2023). Azmi Asma et al., (2015) también propusieron el uso de la microfiltración para realizar procesos de deacidificación (Rada-Bula et al., 2023). Los ácidos grasos libres corresponden a un carboxilo derivado, es decir, materiales que contengan un grupo hidroxilo (-OH) mostrarían afinidad y selectividad por los ácidos grasos libres. El alcohol de polivinilo (PVA) es un material que posee abundantes grupos hidroxilos. Sin embargo, como resultado de la investigación, una elevada concentración de PVA en la superficie de la membrana podría acarrear efectos negativos sobre el proceso de remoción de ácidos grasos, puesto a que una alta fijación del material podría bloquear la superficie, los autores sugieren tener una capa delgada de este material en la superficie de la membrana para tener el efecto deseado en la remoción de ácidos grasos libres (Rada-Bula et al., 2023).

Por ejemplo, las membranas empleadas para la separación de emulsiones de agua y aceite en donde se desea retirar la fase oleosa para purificar el agua en el cual se encuentra inmerso, se modifica la superficie de la membrana introduciendo un carácter hidrofílico, así, materiales como de polisulfona (PSF) con una capa de polidopamina, muestra un mejor desempeño de separación que aquella no modificada (Bernardo & Drioli, 2017; Rada-Bula et al., 2023).

1.5.2 Ultrafiltración

La ultrafiltración permite la separación de coloides y micropartículas con tamaño de partícula cercano a un rango de 10 – 1000 Å (R. W. Baker, 2004a; Rada-Bula et al., 2023). Al igual que las membranas de microfiltración, éstas se han aplicado en la industria de aceites para procesos como deacidificación (Azmi et al., 2015; Gonçalves et al., 2016), también en procesos de desgomado (Aryanti et al., 2017, 2018a) y remoción de solventes de la micela (Saravanan et al., 2006) (Tabla 1-5). Para el caso de la ultrafiltración en aceites, su práctica ha sido empleada para la remoción de fosfolípidos, donde los

componentes del aceite, tanto ácidos grasos libres y como los fosfátidos, tienen un efecto complejo sobre la formación de Fouling (Aryanti et al., 2017; Rada-Bula et al., 2023).

De acuerdo con Ariono et al., (2018) las micelas tienen una afinidad con otros componentes polares, incluso con impurezas, con los que se une y contribuye a la formación del ensuciamiento (Rada-Bula et al., 2023). Los autores sugieren que debido a que las moléculas de fosfolípidos son anfífilas, éstas pueden ser adsorbidas por la membrana ensuciando la membrana. Los fosfolípidos son compuestos que forman micelas cuando se encuentran dispersas en agua. Por ser anfóteras, al momento de estar en un medio no polar, forma micelas reversas con peso molecular en promedio de 20.000 Da (Aryanti et al., 2017; Rada-Bula et al., 2023). Por tratarse de membranas de ultrafiltración, este proceso de separación es posible ya que el rango del MWCO de la membrana sería entre 300 - 500.000 Da.

1.5.3 Importancia de la ultrafiltración como una estrategia para la valorización del aceite de palma (O×G)

La adición de aceite de palma rico en fitonutrientes, también llamado por algunos autores como aceite rojo de palma, ha sido adicionado directamente en la formulación de alimentos de dos maneras:

1. Históricamente como aceite crudo, aquel sin refinar, sin blanquear, espeso, cuyo contenido de carotenoides permanece intacto, el cual ha sido empleado para la fortificación de diferentes alimentos en estudios de intervención, adicionado al alimento (Manorama et al., 1997; Stuijvenberg et al., 2001; Stuijvenberg & Benadé, 2000).
2. En últimos estudios, la adición del aceite de palma rojo refinado (también denominado por algunos autores como Red Palm Oil – RPO) que conserva características propias del aceite crudo, en especial, reteniendo en mayor medida los carotenoides, Tocs y T3s (Dong et al., 2017; Ojeda et al., 2017) o lo que algunas marcas comerciales reportan como un aceite sin aditivos, cuyo proceso de refinación consiste en doble fraccionamiento y un proceso de desodorización (Unitata Berhad (Malaysia), 2023). Incluso, también se ha realizado con aceite rojo de palma (RPO) desgomado, deacidificado y posteriormente una destilación de paso corto para remover ácidos grasos libres sin destruir los carotenoides (Ooi et

al., 1998). De este proceso se retienen los carotenoides, Tocs y T3s en valores cercanos al 80% de la concentración inicial en el APC (Cassiday, 2017). Las aplicaciones directas del aceite crudo de palma en un alimento presenta múltiples ventajas, considerando que el contenido inicial de estos compuestos, podría presentar ventajas con relación a su estabilidad al ser compuestos antioxidantes actuando sinérgicamente permitiendo que éste resista operaciones unitarias específicas en la elaboración de un alimento (Mondragón Serna et al., 2023), sin embargo, este mecanismo de aplicación tiene como desventaja la presencia de compuestos *off flavor* como ácidos grasos libres, material insaponificable, ceras, fosfolípidos, impurezas sólidas como fibra, compuestos productos de la oxidación (aldehídos, cetonas, alcoholes, entre otros (Gharby, 2022) que es un limitante con relación a la aceptación del consumidor (Cassiday, 2017). En el segundo caso, la adición de un aceite refinado con parámetros fisicoquímicos adecuados de calidad puede resultar ventajoso considerando que no presentaría compuestos *off flavor*, sin embargo, la concentración de fitonutrientes estaría ligeramente por debajo de la concentración inicial en el aceite como lo reportan Cassiday, (2017); Nagendran et al., (2000); Ooi et al., (1994). Por estas razones, las tecnologías de membrana se convierten en una alternativa verde, de consumo energético relativamente bajo y de funcionamiento sencillo (Kang & Cao, 2014) para la obtención de un aceite con características nutricionales, parecidas al aceite crudo y con buenos atributos desde el punto de vista sensorial y tecnológico, que podría ser adicionado a las formulaciones de alimentos.

1.6 Estabilidad del aceite de palma

1.6.1 Pruebas de vida en anaquel

El estudio de estabilidad de un aceite y de sus componentes minoritarios como fitonutrientes, permiten proponer sus posibles usos dentro de la industria alimentaria. En este caso, las pruebas de vida en anaquel consisten en la evaluación de los componentes presentes en un sistema oleoso, bajo las mismas condiciones esperadas de almacenamiento, preferiblemente contenido en el empaque o envase en el que se espera que se encuentre. La frecuencia de muestreo dependerá de las características propias de la muestra y a criterio del experimentador (Man, 2002). Para el caso del aceite de palma,

se realizan ensayos de caducidad larga, pues los ensayos pueden realizarse en un periodo hasta de 12 meses como los estudios realizados por Jun et al., (2020); Teh & Lau, (2023) en donde la variación de la concentración de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles, solo disminuyó alrededor de un 28% aproximadamente.

1.6.2 Modelos matemáticos empleados en el estudio de la degradación de estos componentes.

El uso de modelos matemáticos en este tipo de ensayos implica una disminución en tiempo y ensayos y permite estimar la cinética de degradación de los compuestos de interés con tan sólo modificar uno o más parámetros, de manera que se puede hacer una predicción sobre comportamientos en diversos escenarios (Piergiovanni & Limbo, 2019).

Los modelos pueden ser lineales o no lineales, estáticos o dinámico, discretos o continuos, determinístico o probabilístico. Sin embargo, los más simples y de mayor uso son los modelos directos. Generalmente no tienen un significado físico o biológico en particular y usan una ecuación que relaciona la calidad del alimento, en este caso, el aceite o sistemas oleosos con el tiempo de almacenamiento como un índice de falla en función del tiempo (IDF). Para este caso, estos modelos pueden ser lineales o no lineales, polinomiales, exponenciales o ley de potencia (Piergiovanni & Limbo, 2019).

Lineal $IDF_{(t)} = a_0 + a_1 \cdot t$ (1.21)

Polinomial $IDF_{(t)} = a_0 + a_1 \cdot t + a_2 \cdot t^2 + \dots + a_n t^n$ (1.22)

Exponencial $IDF_{(t)} = a_0 \cdot e^{(-a_1 \cdot t)}$ (1.23)

Ley de potencia $IDF_{(t)} = a_0 \cdot t^{a_1}$ (1.24)

Tabla 1-5. Materiales de membranas empleadas para procesos de desgomado, deacidificación y decoloración del aceite crudo de palma y derivados.

Molécula a retirar	Aceite vegetal	Material de la membrana	Tipo de membrana	Naturaleza de la membrana	T (°C)	P(MPa)	Coeficiente de retención* (%)	Autores
Fosfolípidos Ácidos grasos libres	APC	Polietersulfona	Flat sheet	Hidrofílica	30	0.1	99 16	(Aryanti et al., 2018a)
Fosfolípidos	Mezclas de aceite refinado de palma – isopropanol y lecitina (como representación del aceite crudo de palma)	Polietersulfona	-	-	24 – 25	0.1	79	(Aryanti et al., 2017)
Ácidos grasos libres	APC	Polisulfona	Hollow fiber	Hidrofílica	70	.	97	(Purwasasmita et al., 2015)
Ácidos grasos libres	APC	Fluoruro de polivinilideno (PVDF) modificado con alcohol polivinil (PVA)	Hollow fiber	Hidrofílica	65	0.2	5.93	(Azmi et al., 2015)
Fosfolípidos, carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles	APC y oleína cruda de palma	Membrana densa polimérica compuesta con capa activa de silicona y poliimida como soporte	Flat sheet	Hidrofóbica	40	4	95 – 100 (fosfolípidos)	(Arora et al., 2006)
Fosfolípidos	APC	Polietersulfona	Tubular	-	63	2.6	96.4	(Ong et al., 1999a)
Carotenoides,							15.8	
Ácidos grasos libres							0	
Materia volátil							0	

*La tabla expone el coeficiente de retención máximo durante la experimentación.
Tomado de: Rada-Bula et al., (2023)

Para el caso de sistemas oleosos, la ecuación más utilizada en estos casos es la ecuación de Arrhenius como una regresión lineal que relaciona el tiempo de inducción y la temperatura (Rodríguez et al., 2015), de esta manera, se puede obtener un estudio cinético de oxidación de la muestra (Ec. 1.25):

$$\ln k = \ln A - \frac{E_a}{R} \frac{1}{T} \quad (1.25)$$

Donde, k corresponde a la constante de reacción (h^{-1}); E_a a la energía de activación (kJ mol^{-1}), A al factor de frecuencia, R a la constante universal de gases ($\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$) y T a la temperatura absoluta (K). De igual modo, dentro del estudio cinético de muestras oleosas, se encuentra la ecuación que relaciona el tiempo de inducción y la temperatura:

$$\log IT = a(t) + b \quad (1.26)$$

Donde, t corresponde a la temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y a, b corresponde a los coeficientes de la ecuación (Gülmez & Sahin, 2019).

Autores como Domínguez Cañedo et al., (2014) sugieren que, para conocer el proceso de oxidación o degradación de fitonutrientes presentes en un sistema oleoso, según el caso, se puede realizar teniendo en cuenta el ajuste matemático. Este ajuste, permitiría establecer una estimación de la velocidad de degradación que se lleva a cabo durante los ensayos de oxidación acelerada, como lo descrito en el funcionamiento del equipo Rancimat o empleando una experimentación de vida útil.

1.6.3 Modelos matemáticos empleados en el estudio de la degradación de estos componentes.

El uso de modelos matemáticos en este tipo de ensayos implica una disminución en tiempo y ensayos y permite estimar la cinética de degradación de los compuestos de interés con tan sólo modificar uno o más parámetros, de manera que se puede hacer una predicción sobre comportamientos en diversos escenarios (Piergiovanni & Limbo, 2019).

Los modelos pueden ser lineales o no lineales, estáticos o dinámico, discretos o continuos, determinístico o probabilístico. Sin embargo, los más simples y de mayor uso son los modelos directos. Generalmente no tienen un significado físico o biológico en particular y usan una ecuación que relaciona la calidad del alimento, en este caso, el aceite o sistemas oleosos con el tiempo de almacenamiento como un índice de falla en función del tiempo

(IDF). Para este caso, estos modelos pueden ser lineales o no lineales, polinomiales, exponenciales o ley de potencia (Piergiovanni & Limbo, 2019).

$$\text{Lineal} \quad \quad \quad IDF_{(t)} = a_0 + a_1 \cdot t \quad \quad \quad (1.21)$$

$$\text{Polinomial} \quad \quad \quad IDF_{(t)} = a_0 + a_1 \cdot t + a_2 \cdot t^2 + \dots + a_n t^n \quad \quad \quad (1.22)$$

$$\text{Exponencial} \quad \quad \quad IDF_{(t)} = a_0 \cdot e^{(-a_1 \cdot t)} \quad \quad \quad (1.23)$$

$$\text{Ley de potencia} \quad \quad \quad IDF_{(t)} = a_0 \cdot t^{a_1} \quad \quad \quad (1.24)$$

Para el caso de sistemas oleosos, la ecuación más utilizada en estos casos es la ecuación de Arrhenius como una regresión lineal que relaciona el tiempo de inducción y la temperatura (Rodríguez et al., 2015), de esta manera, se puede obtener un estudio cinético de oxidación de la muestra (Ec. 1.25):

$$\ln k = \ln A - \frac{E_a}{R} \frac{1}{T} \quad \quad \quad (1.25)$$

Donde, k corresponde a la constante de reacción (h^{-1}); E_a a la energía de activación (kJ mol^{-1}), A al factor de frecuencia, R a la constante universal de gases ($\text{J mol}^{-1} \text{K}^{-1}$) y T a la temperatura absoluta (K). De igual modo, dentro del estudio cinético de muestras oleosas, se encuentra la ecuación que relaciona el tiempo de inducción y la temperatura:

$$\log IT = a(t) + b \quad \quad \quad (1.26)$$

Donde, t corresponde a la temperatura ($^{\circ}\text{C}$) y a, b corresponde a los coeficientes de la ecuación (Gülmez & Sahin, 2019).

Autores como Domínguez Cañedo et al., (2014) sugieren que, para conocer el proceso de oxidación o degradación de fitonutrientes presentes en un sistema oleoso, según el caso, se puede realizar teniendo en cuenta el ajuste matemático. Este ajuste, permitiría establecer una estimación de la velocidad de degradación que se lleva a cabo durante los ensayos de oxidación acelerada, como lo descrito en el funcionamiento del equipo Rancimat o empleando una experimentación de vida útil.

1.6.4 Rancimat

Esta metodología permite determinar de la estabilidad oxidativa de muestras de aceite o de alto contenido oleoso, el cual consiste en someter la muestra bajo condiciones de altas temperaturas y un flujo de aire para suscitar un proceso de autooxidación de la muestra (Damanik & Murkovic, 2018). El equipo permite determinar el periodo de inducción, es decir, el tiempo en el que la muestra es estable ante la oxidación (Gülmez & Sahin, 2019). En el proceso se burbujea el aire de manera continua bajo una condición de temperatura determinada (de acuerdo con ensayos realizados en numerosos estudios, puede ser entre 80 °C y 140°C). Durante la autooxidación, tiene lugar la medición de conductividad de los compuestos producto de la oxidación primaria como peróxidos, cetonas, aldehídos y ácidos carboxílicos producto de la oxidación secundaria. El tiempo en el que la muestra se resiste a esta oxidación se conoce como índice de estabilidad oxidativa (OSI), definido como el tiempo en horas requerido para alcanzar el máximo de rapidez en el cambio de conductividad (Frankel, 2012; Rancimat, 2017).

Este mecanismo, permite conocer el tiempo de oxidación total de las muestras a altas temperaturas y debido a la linealidad de los datos, poder extrapolar éstos a temperaturas inferiores, por ejemplo, las temperaturas de almacenamiento convencional (10 °C – 20 °C), así, de esta manera, se puede predecir a través de un modelamiento matemático, la cinética de la reacción que permite conocer la vida útil de la muestra (Rodríguez et al., 2015).

$$\text{Log (OSI)} = A + BT \quad (1.27)$$

Este método permite hacer un seguimiento de la oxidación del aceite y, por consiguiente, de los compuestos presentes en él. Estudios como los realizados por (Damanik & Murkovic, 2018) demostraron la permanencia del contenido de β -caroteno en muestras de aceite crudo de palma, así mismo de algunos tocotrienoles, quienes mostraron una mayor vida útil en comparación con el resto de los componentes.

1.6.1 Estudios de estabilidad en aceite de palma.

Con relación a su estabilidad, los fitonutrientes se encuentran estables y protegidos dentro de la matriz vegetal de origen (Rodríguez-Amaya & Kimura, 2004), pero una vez sometidos a procesos físicos o químicos que impliquen la ruptura del tejido vegetal, como lo es en el

caso de la obtención del aceite de palma, en el cual el fruto es sometido a un proceso de esterilización bajo condiciones de 147°C por 90 min a 45 psi y posterior desfrutado, digestión (presencia de vapor y presión de 45 psi) y prensado mecánico, inicia un proceso de degradación de los compuestos (Alfaro & Ortiz, 2006; Amador B et al., 2017; Mujica Granados et al., 2010). Esto ocurre debido a factores intrínsecos: composición química del aceite (presencia de compuestos antioxidantes, fosfolípidos, ácidos grasos libres, mono y diglicéridos, e incluso, la posición de los dobles enlaces en los ácidos grasos insaturados), humedad, impurezas, presencia de prooxidantes, metales catalíticos, enzimas oxidativas y lípidos insaturados, así como factores extrínsecos: disponibilidad de oxígeno, la iluminación y temperatura de almacenamiento de la matriz oleosa (Syed, 2016).

Estudios asociados con la estabilidad de fitoquímicos del aceite de palma se han desarrollado enfocados a compuestos carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles principalmente (Damanik & Murkovic, 2018; Syed, 2016; Teh & Lau, 2021, 2023). Para el caso de los carotenoides, estructuralmente el rasgo distintivo de estos compuestos corresponde a un sistema extenso de dobles enlaces conjugados denominado como cadena poliénica que causa la inestabilidad de este compuesto, incluso incrementa su susceptibilidad a la oxidación e isomerización geométrica (Rodríguez-Amaya & Kimura, 2004).

En algunos frutos durante la maduración se incrementa el grado de esterificación, el cual, se considera, que proporciona una alta estabilidad a los carotenoides frente a las reacciones de oxidación producida por estos factores (Arimboor et al., 2015). De manera natural, los carotenoides presentan además una isomerización trans- que es su configuración habitual y más estable que una configuración cis-, esta condición podría afectar la biodisponibilidad y posiblemente las propiedades fisiológicas de los carotenoides (Arimboor et al., 2015). Sin embargo, al presentarse en un mismo sistema antioxidantes, con funciones protectoras, se pueden inhibir el proceso de oxidación del medio, como lo es en este caso, la presencia de tocoferoles y tocotrienoles (Arimboor et al., 2015; Boon et al., 2010).

Estudios realizados en aceite de palma empleando Rancimat, han determinado que el β -caroteno se degrada completamente en un tiempo de OSI (oxidative stability index) de 8 horas mientras que el δ -tocotrienol y γ -tocotrienol presentan una estabilidad más alta, ya

que su degradación completa ocurre en un tiempo de OSI de 15 horas (Damanik & Murkovic, 2018).

Así mismo, dentro de este estudio, los autores determinaron además, que el comportamiento de degradación de los carotenoides presenta un mejor ajuste a un modelo cinético de degradación de primer orden en donde la degradación se presenta en el siguiente orden: licopeno, todo – E- β -caroteno, 9-Z- β -caroteno y finalmente luteína (éste último en caso de análisis de otros aceites vegetales), además que las mayores tasas de degradación de compuestos ocurren en aceites con alto contenido de ácidos grasos insaturados en donde se evidenció que la disminución de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles se encuentra en un rango entre 100 a 200 ppm aproximadamente menos que la concentración inicial del aceite, antes de su almacenamiento. Este hecho refleja la alta estabilidad de ambos grupos de compuestos (Damanik & Murkovic, 2018).

Tabla 1-6. Modelos matemáticos empleados comúnmente para la determinación de la cinética de degradación de fitonutrientes de diversas matrices vegetales.

Compuesto a evaluar su estabilidad	Sistema	Metodología empleada	Modelo matemático empleado	Autores
Carotenoides	Aceite crudo de palma	Temperaturas de ensayo: 170°C 190 °C 210°C 230°C Tiempos toma de muestra: cada 20 min Tiempo total de Ensayo: 140 min.	<u>Cambio de concentración de carotenoides *:</u> $\frac{dC}{dt} = -kC^n$ Integrando la ecuación anterior se tiene: $\int_{C_0}^C C^{-n} dC = -k \int_0^t dt$ $C = [C_0^{1-n} - (1-n)kt]^{1/(1-n)}$ $C = C_0 \exp(-kt) (n = 1)$ <u>Ecuación de Arrhenius**:</u> $k = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$	(Sampaio et al., 2013)
		Temperaturas de ensayo: 19°C 26°C 33°C 40°C Tiempos de toma de muestra: 19°C: 24, 49, 60 y 80 días 26°C: 18, 24, 49, 60 y 80 días 33°C: 10, 18, 24, 49, 60 y 80 días 40 °C: 10, 18, 24, 31, 49 y 60 días Tiempo total de ensayo: 80 días	<u>Cambio de concentración de carotenoides en función del tiempo*:</u> $\ln C = \ln C_0 - kt$ <u>Ecuación de Arrhenius**:</u> $k = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$ <u>El modelo predictivo de degradación de carotenoides</u> fue calculado mediante la ecuación de Arrhenius y usando la temperatura (T) expresado en Kelvin: $C = C_0 \exp(-kt) \int_0^t e^{\left(\frac{-E_a}{RT}\right)} dt$	(Bechoff et al., 2015)
Luteína y β-caroteno	Oleína de palma y Vegetaline®	Temperaturas de ensayo: 120°C	<u>Cambio de concentración de los compuestos en el tiempo*:</u>	(Achir et al., 2010)

42 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

Compuesto a evaluar su estabilidad	Sistema	Metodología empleada	Modelo matemático empleado	Autores
		140°C 160°C 180°C Tiempos toma de muestra: cada 30 min. Tiempo total de ensayo: 120 min. Condiciones: oscuridad de 3 a 9 meses antes del experimento	$\frac{dC}{dt} = -kC^n$ $\int_{C_0}^C C^{-n} dC = -k \int_0^t dt$ $C = [C_0^{1-n} - (1-n)kt]^{1/(1-n)}$ $C = C_0 \exp(-kt) (n = 1)$ <u>Ecuación de Arrhenius**:</u> $k = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$	
β-caroteno	Aceite de avellana	Rancimat Temperaturas de ensayo: 110°C 120°C 130°C 140°C	<u>Modelo ensayado en el experimento:</u> <u>Ecuación de Arrhenius**:</u> $k = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$	(Gülmez & Sahin, 2019)
Carotenoides y capsaicina	Complejo de inclusión molecular de oleoresina de chile habanero	Temperaturas de ensayo: 25 °C 35°C 45°C Tiempos toma de muestra: cada semana. Tiempo total de ensayo: 5 semanas.	<u>Cambio de concentración de los compuestos en el tiempo*:</u> Degradación de los compuestos mediante una reacción de primer orden $\ln C = \ln C_0 - kt$ Modelamiento matemático siguiendo la <u>ecuación de Arrhenius**</u> $k = K_0 \exp\left(\frac{-E_a}{RT}\right)$	(Dominguez Cañedo et al., 2014)
Extracto de (<i>Salvia officinalis</i>)	Aceite de girasol	Rancimat Temperaturas de ensayo: 100°C 110°C 120°C 130°C	Modelo empleado: <u>Ecuación de Arrhenius**</u> $\ln(k) = \ln(A) - \frac{E_a}{RT}$ Usando la ecuación de la forma derivada, se tiene: $\ln\left(\frac{k}{T}\right) = \ln\left(\frac{kB}{h}\right) + \left(\frac{\Delta S}{R}\right) - \left(\frac{\Delta H}{RT}\right)$	(Upadhyay & Mishra, 2015)

*C corresponde a la concentración de carotenoides en mg/kg en cada momento t y Co la cantidad de carotenoides en el ensayo cuando alcanza la temperatura deseada en un n orden de reacción.** k₀, E_a, T y R son los factores pre exponenciales [(kg/mg)ⁿ⁻¹/min], la energía de activación (J/mol), la temperatura del aceite del medio (K) y la constante de gases (8.314 J/mol K).

1.6.2 Índices de calidad asociadas a la estabilidad del aceite de palma.

Al ser el aceite crudo de palma mayoritariamente empleado para la industria alimentaria (Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural, 2019) y dado a que la demanda del consumidor todavía se encuentra orientada hacia el consumo de aceites inodoros e incoloros, las Normas Técnicas Colombianas (NTC 431, 2000; NTC 5895, 2011) han estipulado los parámetros de calidad de las características fisicoquímicas del aceite crudo para ser empleado para posteriores procesos de refinación. Estas pruebas se resumen en: AGL, IP, DOBI, humedad. Todos ellos, relacionados con la estabilidad del aceite (S. Rincón & Martínez, 2009; Teh & Lau, 2021, 2023).

Las condiciones de extracción y almacenamiento del aceite determinan su estabilidad oxidativa, principalmente esta última condición donde factores como la presencia de metales, oxígeno y luz, pueden propiciar la formación de compuestos como ácidos grasos libres (AGL), que se debe principalmente a la actividad hidrolítica de la lipasa en frutos maduros luego de la extracción (Amado, 2010a). La presencia de AGL se encuentra asociada a la rancidez y deterioro, por lo que su determinación es uno de los parámetros de calidad y de estabilidad más importantes (Cadena et al., 2013). En promedio, el aceite comercial de palma presenta un índice de acidez cercano al 3,5% y su valor, no se encuentra relacionado con el contenido de mono- y di-acilglicéridos presentes en el aceite, pues se estima que éstos se encuentran asociados a la síntesis de triglicéridos y no a una reacción hidrolítica (Amado, 2010a).

En cuanto a la determinación del índice de peróxidos, este es un indicativo de la oxidación primaria que ocurre en el aceite debido a la reacción de diversas especies reactivas del oxígeno con un radical lipídico. Una vez, la oxidación lipídica entra a la fase de terminación, la reacción concluye con la formación de compuestos no radicalarios como aldehídos y cetonas, los cuales son determinados a través del índice de *p*-anisidina (Piedrahita Correa, 2015). El DOBI (*Deterioration of Bleachability Index*) es una medida que se emplea para la determinación del índice de deterioro a la blanqueabilidad que relaciona el contenido de carotenoides con relación a la presencia de compuestos carbonilos producto de la oxidación. Una alta presencia de éstos últimos, dará como resultado un valor de índice de deterioro a la blanqueabilidad muy bajo, por lo que el aceite será considerado de pobre calidad y estabilidad (Urueta, 2007).

Con relación a la degradación de los fitonutrientes, los carotenoides, son considerados, por su estructura de dobles enlaces conjugados como compuestos susceptibles a procesos de deterioro, principalmente por condiciones de temperatura y presencia de oxígeno, sin embargo, al igual que los Tocs y T3s, se ha comprobado que estos compuestos son antioxidantes (Piedrahita Correa, 2015). Se han realizado ensayos en algunas matrices grasas en donde se ha evidenciado que la presencia de ambos compuestos, principalmente β -caroteno y α -tocotrienol, actúan de manera sinérgica, prolongando la estabilidad del aceite (Palozza & Krinsky, 1992).

1.6.3 Perspectivas Futuras

En la actualidad, el aceite de palma es uno de los aceites vegetales más ampliamente comercializados en el mundo (Ariono et al., 2018b; Hariyadi, 2020; Rada-Bula et al., 2023) y tanto el aceite de palma como sus subproductos se utilizan como ingredientes para múltiples usos. Las formulaciones alimenticias, como los procesos de fritura, helados, diversos tipos de margarina y alimentos listos para consumir, utilizan aceite de palma y sus subproductos debido a su estabilidad térmica y funcionalidad (Hariyadi, 2020; Loganathan, Ahmad, et al., 2020; Mba et al., 2015b; Rada-Bula et al., 2023). En los últimos años, ha aumentado el interés en el uso de variedades de aceite de palma, como el aceite de palma rojo (RPO) en la industria alimentaria, principalmente porque estos compuestos contienen moléculas con alto valor saludable y nutricional. Estos compuestos han sido estudiados de manera independiente en intervenciones con ensayos clínicos controlados. Dichos estudios han evidenciado que la aplicación del aceite de palma en formulaciones alimenticias tiene un potencial positivo sobre la salud, aumentando los niveles de vitamina A, medidos como concentraciones de retinol en suero, en niños y mujeres embarazadas (Loganathan, Ahmad, et al., 2020; Rada-Bula et al., 2023). En este caso, la ultrafiltración podría desempeñar un papel esencial, ya que puede conservar los fitonutrientes brindando la oportunidad de generar un aceite propiedades reológicas y sensoriales con aplicaciones en la industria alimentaria.

1.7 Bibliografía

- Achir, N., Randrianatoandro, V. A., Bohuon, P., Laffargue, A., & Avallone, S. (2010). Kinetic study of b-carotene and lutein degradation in oils during heat treatment. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, 112, 349–361. <https://doi.org/10.1002/ejlt.200900165>
- Alberto, R., Jr, G., Lima, F. De, Azevedo, L. De, Lopes, L., Nonato, R., Lopes, R., José, A., Pina, D. A., & Sanz, A. (2014). Evaluation of interspecific hybrids of palm oil reveals great genetic variability and potential selection gain. *Industrial Crops & Products*, 52, 512–518. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.10.036>
- Alfaro, M., & Ortiz, E. (2006). Proceso de producción del aceite de palma. Ministerio de Agricultura. Gerencia de Palma. Consejo Nacional de Producción, 1–5.
- Amado, M. A. (2010). Seguimiento a las pérdidas de fitonutrientes durante el proceso de refinación del aceite de palma. Universidad Nacional de Colombia.
- Amador B, D., Olarte M, M., & Castillo Q, R. (2017). Caracterización de la cadena productiva del aceite de palma en el departamento del Meta y como referencia la empresa Amador Buitrago y Cia Senc. Universidad Santo Tomás.
- Amorim-Carrilho, K. T., Cepeda, A., Fente, C., & Regal, P. (2014). Review of methods for analysis of carotenoids. *TrAC - Trends in Analytical Chemistry*, 56, 49–73. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2013.12.011>
- Arimboor, R., Natarajan, R. B., Menon, K. R., Chandrasekhar, L. P., & Moorkoth, V. (2015). Red pepper (*Capsicum annuum*) carotenoids as a source of natural food colors: analysis and stability—a review. *Journal of Food Science and Technology*, 52(3), 1258–1271. <https://doi.org/10.1007/s13197-014-1260-7>
- Ariono, D., Wardani, A. K., Widodo, S., Aryanti, P. T. P., & Wenten, I. G. (2018). Fouling mechanism in ultrafiltration of vegetable oil. *Materials Research Express*, 5(3), 0–8. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aab69f>
- Arora, S., Manjula, S., Gopala Krishna, A. G., & Subramanian, R. (2006). Membrane processing of crude palm oil. *Desalination*, 191, 454–466. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2005.04.129>

Aryanti, N., Wardhani, D. H., Maulana, Z. S., & Roberto, D. (2017). Evaluation of Ultrafiltration Performance for Phospholipid Separation. *Journal of Physics: Conference Series*, 909(1). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/909/1/012083>

Aryanti, N., Wardhani, D. H., & Nafiunisa, A. (2018). Ultrafiltration membrane for degumming of crude palm oil-isopropanol mixture. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly*, 32(3), 325–334. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2017.1244>

Ayala-Díaz, I., & Romero, H. M. (2019). Cultivares Híbrido OxG y la reactivación productiva de zonas con problemáticas de PC. XV Reunión Técnica Nacional de Palma de Aceite, 39.

Azmi, R. A., Goh, P. S., Ismail, A. F., Lau, W. J., Ng, B. C., Othman, N. H., Noor, A. M., & Yusoff, M. S. A. (2015). Deacidification of crude palm oil using PVA-crosslinked PVDF membrane. *Journal of Food Engineering*, 166, 165–173. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2015.06.001>

Badui, S. (2006). *Química de Alimentos*.

Baker, R. W. (2004). Membrane technology and applications. In *Membrane Technologies and Applications*. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1201/b11416>

Bassam, J., Harapanahalli, S., & Otten, D. (2001). United States Patent. Method for removing phospholipids from vegetable oil micella, method for conditioning a polymeric microfiltration, and membrane (Patent US 6,207,209 B1).

Bassam, J., Harapanahalli, S., & Otten, D. (2004). United States Patent. Methods and apparatus for processing vegetable oil miscella method for conditioning membrane, membrane and lecithin product (Patent US 6,833,149 B2).

Bassam, J., Harapanahalli, S., & Otten, D. (2009). United States Patent. Method and apparatus for processing vegetable oil miscella, method for conditioning a polymeric microfiltration membrane, membrane, and lecithin product. (Patent US 7.494.679 B2).

Bassam, J., Harapanahalli, S., & Otten, D. (2011). United States Patent. Method and apparatus for processing vegetable oil miscella, metod for conditioning a polymeric microfiltration membrane, membrane, and lecithin product (Patent US 7.923,052 B2).

Bastidas, S., Peña, E., & Reyes, R. (2013). Pregunta sobre palma de aceite *Elaeis Guineensis* Jacq., palma Nolí *Elaeis oleissfera* (Kunth) Cortées y los híbridos interspecificos Nolí x Palma de aceite (*E. oleisfera* x *guineensis*).

Bechoff, A., Chijioke, U., Tomlins, K. I., Govinden, P., Ilona, P., Westby, A., & Boy, E. (2015). Carotenoid stability during storage of yellow gari made from biofortified cassava or with palm oil. *Journal of Food Composition and Analysis*, 44, 36–44. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2015.06.002>

Belfort, G., Davis, R., & Zydney, A. (1994). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration. *Journal of Membrane Science*, 96, 1–58. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2020.117865>

Bernardo, P., & Drioli, E. (2017). 4.9 Membrane Technology in the Refinery and Petrochemical Field: Research Trends and Recent Progresses. In *Comprehensive Membrane Science and Engineering* (Vol. 4, pp. 164–188). <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-409547-2.12231-0>

Boynueğri, P., Yemişçioğlu, F., & Gümüskesen, A. S. (2017). Effect of membrane degumming conditions on permeate flux and phospholipids rejection. *GIDA. The Journal of Food*, 42(5), 597–602. <https://doi.org/10.15237/gida.GD17053>

Cadena, T., Prada, F., Perea, A., & Romero, H. M. (2013). Lipase activity, mesocarp oil content, and iodine value in oil palm fruits of *Elaeis guineensis*, *Elaeis oleifera*, and the interspecific hybrid O×G (*E. oleifera* × *E. guineensis*). *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 93(3), 674–680. <https://doi.org/10.1002/jsfa.5940>

Cassiday, L. (2017). Red Palm Oil. AOCs, The American Oil Chemists' Society, 1–1.

Cayón-Salinas, D. G., Ligarreto-Moreno, G. A., Magnitskiy, S., Rosero, G., & Leguizamón, O. (2022). Application of naphthalene acetic acid and gibberellic acid favours fruit induction and development in oil palm hybrid (*Elaeis oleiferaxElaeis guineensis*). *Experimental Agriculture*, 58(e35).

Chew, J. W., Kilduff, J., & Belfort, G. (2020a). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration: An update. *Journal of Membrane Science*, 601(January), 117865. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2020.117865>

Chew, J. W., Kilduff, J., & Belfort, G. (2020b). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration: An update. *Journal of Membrane Science*, 601(January), 117865. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2020.117865>

Corley, R. H. V., & Tinker, P. B. (2016a). *The oil palm* (Fifth edit). Wiley Blackwell.

Corley, R. H. V., & Tinker, P. B. (2016b). *The oil palm* (Fifth edit). Wiley Blackwell.

Damanik, M., & Murkovic, M. (2018). The stability of palm oils during heating in a rancimat. *European Food Research and Technology*, 244(7), 1293–1299. <https://doi.org/10.1007/s00217-018-3044-1>

Daza, E. S., Ruiz Romero, R., & Romero Angulo, H. M. (2017). Guía de bolsillo polinización asistida en el híbrido interespecífico *Elaeis oleifera* × *Elaeis guineensis* (OxG) (Issue 118). Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite, Cenipalma.

de Morais Coutinho, C., Chiu, M. C., Basso, R. C., Ribeiro, A. P. B., Gonçalves, L. A. G., & Viotto, L. A. (2009). State of art of the application of membrane technology to vegetable oils: A review. *Food Research International*, 42(5–6), 536–550. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.02.010>

Dominguez Cañedo, I. L., Beristain Guevara, C. I., Diaz Sobac, R., & Vasquez, L. (2014). Degradación de carotenoides y capsaicina en el complejo de inclusión molecular de oleoresina de chile habanero (*Capsicum chinense*) con β - ciclodextrina. *Journal of Food*, August 2014, 37–41. <https://doi.org/10.1080/19476337.2014.926459>

Dong, S., Xia, H., Wang, F., & Sun, G. (2017). The effect of red palm oil on vitamin A deficiency :a meta-analysis of randomized controlled trials. *Nutrients*, 9(1281), 1–15. <https://doi.org/10.3390/nu9121281>

Doran, P. M. (2013). *Bioprocess engineering principles*. In Academic Press (Second edi).

Doshi, K., & Shah, S. R. (2018). Removal of phospholipids from crude edible oil by PVDF membrane. *International Journal of Advance Research, Ideas and Innovation in Technology*, 4(2), 2524–2529.

Fedepalma. (2016). Informe de gestión Fedepalma 2016. In Fedepalma (p. 308).

Fine, F., Brochet, C., Gaud, M., Carre, P., Simon, N., Ramli, F., & Joffre, F. (2016). Micronutrients in vegetable oils: The impact of crushing and refining processes on vitamins and antioxidants in sunflower, rapeseed, and soybean oils. In *European Journal of Lipid Science and Technology* (Vol. 118, Issue 5, pp. 680–697). Wiley-VCH Verlag. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201400400>

Frankel, E. (2012). *Lipid oxidation*. Woodhead Publishing.

Gallicchio, L., Boyd, K., Matanoski, G., Tao, X., Chen, L., Lam, T. K., Shiels, M., Hammond, E., Robinson, K. A., Caulfield, L. E., Herman, J. G., Guallar, E., & Alberg, A. J. (2008). Carotenoids and the risk of developing lung cancer: a systematic review 1-3. <https://academic.oup.com/ajcn/article-abstract/88/2/372/4649847>

García N., J. a., & Yañez A., E. E. (2010). Generación y uso de biomasa en plantas de beneficio de palma de aceite en Colombia. *Revista Palmas*, 31(2), 41–48.

Gharby, S. (2022). Refining vegetable oils: Chemical and physical refining. In *Scientific World Journal* (Vol. 2022). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2022/6627013>

Gonçalves, C. B., Rodrigues, C. E. C., Marcon, E. C., & Meirelles, A. J. A. (2016). Deacidification of palm oil by solvent extraction. *Separation and Purification Technology*, 160, 106–111. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2016.01.016>

Gonzalez-Diaz, A., Pataquiva-Mateus, A., & García-Núñez, J. A. (2021). Recovery of palm phytonutrients as a potential market for the by-products generated by palm oil mills and refineries—A review. In *Food Bioscience* (Vol. 41). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100916>

Gülmez, Ö., & Sahin, S. (2019). Evaluation of oxidative stability in hazelnut oil treated with several antioxidants: Kinetics and thermodynamics studies. *LWT - Food Science and Technology*, 111, 478–483. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.05.077>

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>

Hew, K. S., Asis, A. J., Tan, T. B., Yusoff, M. M., Lai, O. M., Nehdi, I. A., & Tan, C. P. (2020). Revising degumming and bleaching processes of palm oil refining for the mitigation of 3-

monochloropropane-1,2-diol esters (3-MCPDE) and glycidyl esters (GE) contents in refined palm oil. *Food Chemistry*, 307. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125545>

Hof, K. H. van, West, C. E., Weststrate, J. a, & Hautvast, J. G. a J. (2000). Recent Advances in Nutritional Sciences Dietary Factors That Affect the Bioavailability of Carotenoids. *Recent Advances in Nutritional Sciences*, 14, 503–506.

Hou, Z., Cao, X., Cao, L., Ling, G., Yu, Z., & Pang, M. (2020). The removal of phospholipid from crude rapeseed oil by enzyme-membrane binding. *Journal of Food Engineering*, 280(September 2019), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2020.109910>

Írías-Mata, A., Stuetz, W., Sus, N., Hammann, S., Gralla, K., Cordero-Solano, A., Vetter, W., & Frank, J. (2017). Tocopherols, Tocomonoenols, and Tocotrienols in Oils of Costa Rican Palm Fruits: A Comparison between Six Varieties and Chemical versus Mechanical Extraction. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 65(34), 7476–7482. <https://doi.org/10.1021/acs.jafc.7b02230>

Jun, W., Ping, C., Sulaiman, R., Yi, Y., & Hean, G. (2020). Storage stability and degradation kinetics of bioactive compounds in red palm oil microcapsules produced with solution-enhanced dispersion by supercritical carbon dioxide : A comparison with the spray-drying method. *Food Chemistry*, 304(August 2019), 125427. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125427>

Kang, G., & Cao, Y. (2014). Application and modification of poly (vinylidene fluoride) (PVDF) membranes – A review. *Journal of Membrane Science*, 463, 145–165. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2014.03.055>

Khalid, M., Saeed-ur-Rahman, Bilal, M., Iqbal, H. M. N., & Huang, D. (2019). Biosynthesis and biomedical perspectives of carotenoids with special reference to human health-related applications. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 17, 399–407. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2018.11.027>

Kilduff, J. E., Mattaraj, S., Sensibaugh, J., Pieracci, J. P., Yuan, Y., & Belfort, G. (2002). Modeling flux decline during nanofiltration of NOM with poly(arylsulfone) membranes modified using UV-assisted graft polymerization. *Environmental Engineering Science*, 19(6), 477–495. <https://doi.org/10.1089/109287502320963454>

Lee, Y.-Y., Tang, T.-K., Phuah, E.-T., & Lai, O.-M. (2022). Recent advances in edible fats and oils technology.

Loganathan, R., Ahmad, A., Ratna, S., & Kim, T. (2020). Thermal stability and sensory acceptance of cupcakes containing red palm olein. *Journal of Oleo Science*, June, 1–6. <https://doi.org/10.5650/jos.ess19253>

Manorama, R., Sarita, M., & Rukmini, C. (1997). Red palm oil for combating vitamin A deficiency. *Asia Pacific J Clin Nutr*, 6(1), 56–59.

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015a). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, 10, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015b). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, 10, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2017). Thermostability and degradation kinetics of tocochromanols and carotenoids in palm oil, canola oil and their blends during deep-fat frying. *LWT - Food Science and Technology*, 82, 131–138. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2017.04.027>

Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural. (2019). Cadena de palma de aceite, indicadores e instrumentos. In *Lecturas de Economía*.

Mohammad, A. W., Ng, C. Y., Lim, Y. P., & Ng, G. H. (2012). Ultrafiltration in Food Processing Industry: Review on Application, Membrane Fouling, and Fouling Control. *Food and Bioprocess Technology*, 5(4), 1143–1156. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0806-9>

Mondragón Serna, A., García Nuñez, J., Baena Santa, M. A., Gonzalez Días, A., & Rada Bula, A. (2023). Capítulo XVIII. Aspectos Nutricionales y beneficios sobre la salud humana del consumo de aceite de palma extraído de los cultivares híbridos interespecíficos OxG. In *Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite* (Vol. 1, pp. 553–590).

Mondragón Serna, A., & Pinilla Betancourt, C. (2015). Aceite de palma alto oleico: propiedades fisicoquímicas y beneficios para la salud humana. *Revista Palmas*, 36(4), 57–66. <http://publicaciones.fedepalma.org/index.php/palmas/article/view/11645>

Mozzon, M., Foligni, R., & Mannozi, C. (2020). Current knowledge on interspecific hybrid palm oils as food and food ingredient. *Foods*, 9(5). <https://doi.org/10.3390/foods9050631>

Mujica Granados, C., Dario Torres, E., & Vargas Esparza, M. (2010). Evolución del sector palmicultor. Universidad de Investigación y Desarrollo.

Nagarajan, J., Ramanan, R. N., Raghunandan, M. E., Galanakis, C. M., & Krishnamurthy, N. P. (2017). Chapter 8: Carotenoids. In *Nutraceutical and Functional Food Components: Effects of Innovative Processing Techniques* (pp. 259–296). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1201/9781315149899>

Nagendran, B., Unnithan, U., Choo, Y., & Sundram, K. (2000). Characteristics of red palm oil, a carotene-and vitamin E–Rich refined oil for food uses. *Food Nutr. Bull*, 21, 189–194.

Nakao, S. (1994). Determination of pore size and pore size distribution 3. Filtration membranes. *Journal of Membrane Science*, 96, 131–165.

Noor Hidayu, B. O. (2014). A process for degumming of crude palm oil.

NTC 431. (2000). *Grasas y aceites. Aceite crudo natural de palma africana* (pp. 1–8).

NTC 5895. (2011). *Aceite crudo de palma (OxG) Alto Oleico. Requisitos*. (p. 12).

Ojeda, M., Borrero, M., Sequeda, G., Diez, O., Castro, V., García, Á., Ruiz, Á., Pacetti, D., Frega, N., Gagliardi, R., & Lucci, P. (2017). Hybrid palm oil (*Elaeis oleifera* × *Elaeis guineensis*) supplementation improves plasma antioxidant capacity in humans. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 119(2), 1–8. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201600070>

Ong, K. K., Fakhru'l-Razi, A., Baharin, B. S., & Hassan, M. A. (1999). Degumming of crude palm oil by membrane filtration. *Artificial Cells, Blood Substitutes, and Immobilization Biotechnology*, 27(5–6), 381–385. <https://doi.org/10.3109/10731199909117707>

Ooi, C. K., Choo, Y. M., Yap, S. C., Basiron, Y., & Ong, A. S. H. (1994). Recovery of carotenoids from palm oil. *Journal of the American Oil Chemists' Society*, 71(4), 423–426. <https://doi.org/10.1007/BF02540524>

Ooi, C. K., Choo, Y. M., Yap, S. C., & Ma, A. N. (1998). Refinación del aceite rojo de palma * Refining of red palm oil. *Palmas*, 19(1), 61–67.

Palozza, P., & Krinsky, N. I. (1992). Antioxidant effects of carotenoids in vivo and in vitro: an overview. *Methods Enzymol*, 213, 403–420.

Pérez, R., & Labanda, J. (2013). Estudio preliminar de la permeación de biomoléculas en membranas de nanofiltración. *Revista Iberoamericana de Polímeros.*, 14(7), 44–54.

Piedrahita Correa, A. M. (2015). Estabilidad oxidativa y vida útil del aceite de choibá (*Dipteryx oleifera benth*) suplementado con extracto de romero (*Rosmarinus officinalis L.*). Universidad Nacional de Colombia.

Piergiovanni, L., & Limbo, S. (2019). Food shelf-life models. In *Sustainable Food Supply Chains* (pp. 49–60). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-813411-5.00004-1>

Prada, F., Ayala, I., Delgado, W., Ruiz-Romero, R., & Romero, H. (2011). Effect of fruit ripening on content and chemical composition of oil from three oil palm cultivars (*Elaeis guineensis* Jacq.) grown in Colombia. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 59, 10136–10142. <https://doi.org/10.1021/jf201999d>

Purwasasmita, M., Nabu, E. B. P., Khoiruddin, & Wenten, I. G. (2015). Non dispersive chemical deacidification of crude palm oil in hollow fiber membrane contactor. *Journal of Engineering and Technological Sciences*, 47(4), 426–446. <https://doi.org/10.5614/j.eng.technol.sci.2015.47.4.6>

Rada-Bula, García-Nuñez, J. A., Muvdi-Nova, C. J., & Díaz-Moreno, C. (2023). Membrane technologies in the oil industry and their potential application for the recovery of phytonutrients from palm oil. *Journal of Oil Palm Research*, 35(2), 217–235. <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069>

Raederstorff, D., Wyss, A., Calder, P. C., Weber, P., & Eggersdorfer, M. (2015). Vitamin E function and requirements in relation to PUFA. In *British Journal of Nutrition* (Vol. 114, Issue 8, pp. 1113–1122). Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/S000711451500272X>

Rancimat. (2017). Manual 892 Professional Rancimat.

Rincón, S., & Martínez, D. (2009). Análisis de las propiedades del aceite de palma en el desarrollo de su industria. *Revista Palmas*, 30(2), 11–24.

Rodríguez, G., Villanueva, E., Glorio, P., & Baquerizo, M. (2015). Oxidative stability and estimate of the shelf life of sachu inchi (*Plukenetia volubilis* L.) oil. *Scientia Agropecuaria*, 6(3), 155–163. <https://doi.org/10.17268/sci.agropecu.2015.03.02>

Rodríguez-Amaya, D., & Kimura, M. (2004). HarvestPlus Handbook for Carotenoids Analysis. In *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board. Breeding Crops for Better Nutrition*. <https://doi.org/10.3141/2068-08>

Romero-Angulo, H. M. (2023). Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite (H. M. Romero-Angulo, Ed.; Vol. 1). Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite, Cenipalma.

Saini, R. K., & Keum, Y. S. (2016). Tocopherols and tocotrienols in plants and their products: A review on methods of extraction, chromatographic separation, and detection. *Food Research International*, 82, 59–70. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.01.025>

Saini, R. K., Nile, S. H., & Park, S. W. (2015). Carotenoids from fruits and vegetables: Chemistry, analysis, occurrence, bioavailability and biological activities. *Food Research International*, 76, 735–750. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.07.047>

Sampaio, K., Ayala, J., Silva, S. M., Ceriani, R., & Meirelles, A. J. A. (2013). Thermal degradation kinetics of carotenoids in palm oil. 191–198. <https://doi.org/10.1007/s11746-012-2156-1>

Saravanan, M., Bhosle, B. M., & Subramanian, R. (2006). Processing hexane-oil miscella using a nonporous polymeric composite membrane. *Journal of Food Engineering*, 74(4), 529–535. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2005.03.040>

Singh, R. V., & Sambyal, K. (2022). An overview of β -carotene production: Current status and future prospects. In *Food Bioscience* (Vol. 47). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2022.101717>

Solís, C. A., Velez, S. A., & Ramirez-Navas, J. S. (2017). Tecnología de membranas: ultrafiltración. *Entre Ciencia e Ingeniería*, 22, 26–36.

Stephens, N. G., Parson, A Schofield, P. M., Cheeseman, K., & Mitchinson, M. J. (1996). Randomized controlled trial of vitamin E in patients with coronary disease: Cambridge Heart Association Study (CHAOS). *Genes and Nutrition*, 7, 19–28.

Stuijvenberg, M. E. Van, & Benadé, A. J. S. (2000). South African experience with the use of red palm oil to improve the vitamin A status of primary schoolchildren. *21(2)*, 212–214.

Stuijvenberg, M. E. Van, Dhansay, M. A., Lombard, C. J., Faber, M., & Benade, A. J. S. (2001). The effect of a biscuit with red palm oil as a source of β -carotene on the vitamin A status of primary school children : a comparison with β -carotene from a synthetic source in a randomised controlled trial. *European Journal of Clinical Nutrition*, 55, 657–662. <https://doi.org/10.1038/sj.ejcn.1601196>

Sundram, K., Sambanthamurthi, R., & Tan, Y. (2003a). Palm fruit chemistry and nutrition. *Asia Pacific Journal Clinic Nutrition*, 12(3), 355–362.

Sundram, K., Sambanthamurthi, R., & Tan, Y. (2003b). Palm fruit chemistry and nutrition. *Asia Pacific Journal Clinic Nutrition*, 12(3), 355–362.

Syed, A. (2016). Oxidative Stability and Shelf Life of Vegetable Oils. In *Oxidative Stability and Shelf Life of Foods Containing Oils and Fats* (pp. 187–207). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-1-63067-056-6.00004-5>

Szewczyk, K. (2020). Potential natural sources of tocopherols and tocotrienols and possibilities their use in the food industry. *Technological Progress in Food Processing*, 1, 139–147.

Szewczyk, K., Chojnacka, A., & Górnicka, M. (2021). Tocopherols and tocotrienols—bioactive dietary compounds; what is certain, what is doubt? *International Journal of Molecular Sciences*, 22(12). <https://doi.org/10.3390/ijms22126222>

Tang, G. (2014). Vitamin A value of plant food provitamin A - Evaluated by the stable isotope technologies. *International Journal for Vitamin and Nutrition Research*, 84, 25–29. <https://doi.org/10.1024/0300-9831/a000183>

Teh, S. S., & Lau, H. L. N. (2021). Quality assessment of refined red palm-pressed mesocarp olein. *Food Chemistry*, 340. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127912>

Teh, S. S., & Lau, H. L. N. (2023). Phytonutrient content and oil quality of selected edible oils upon twelve months storage. *Journal of the American Oil Chemists' Society*. <https://doi.org/10.1002/aocs.12692>

Unitata Berhad (Malaysia). (n.d.). Nutrolein - Golden palm oil. Data sheet. Retrieved September 18, 2023, from <https://www.unitata.com/products/niche-products/26-nutropalm-golden-palm-oil>

Upadhyay, R., & Mishra, H. N. (2015). Multivariate analysis for kinetic modeling of oxidative stability and shelf life estimation of sunflower oil blended with Sage (*Salvia officinalis*) extract under Rancimat conditions. *Food Bioprocess Technology*, 8, 801–810. <https://doi.org/10.1007/s11947-014-1446-z>

Urueta, J. C. (2007). Implementación del DOBI como parámetro de calidad en extractoras de aceite de palma. *Revista Palmas*, 28(1), 143–148. <https://publicaciones.fedepalma.org/index.php/palmas/article/viewFile/1301/1301>

Wenten, I. G., Victoria, A. V., Tanukusuma, G., Khoiruddin, K., & Zunita, M. (2019). Simultaneous clarification and dehydration of crude palm oil using superhydrophobic polypropylene membrane. *Journal of Food Engineering*, 248(November 2018), 23–27. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2018.12.010>

Yaakob, C. M., & Chin-Ping, T. (2003). Carotenoids. Chapter 2. In F. D. Gunstone (Ed.), *Lipids for Funtional Foods and Nutraceuticals* (pp. 25–52). <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-410423-5.00002-X>

Zainal, Z., Khaza'ai, H., Kutty Radhakrishnan, A., & Chang, S. K. (2022). Therapeutic potential of palm oil vitamin E-derived tocotrienols in inflammation and chronic diseases: Evidence from preclinical and clinical studies. *Food Research International*, 156, 111175. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2022.111175>

2.Evaluación de la composición de α - y β -caroteno, α -, β - γ - δ tocoferol y α -, β - γ - δ tocotrienoles en aceite crudo de palma del híbrido interespecífico *E. oleífera*×*E. guineensis*

En este segundo capítulo aborda el primer objetivo específico de esta investigación, orientado hacia la caracterización inicial del aceite de palma crudo del híbrido interespecífico OxG con relación a la concentración de carotenoides, Tocs y T3s, perfil de ácidos grasos y determinaciones fisicoquímicas en muestras provenientes de tres plantas de beneficio de fruto de palma de aceite, adicionalmente, al final de este capítulo se resaltó el valor del aceite de híbrido interespecífico OxG y de acuerdo con los resultados, se identificó una muestra que pudiera ser empleada para los siguientes objetivos planteados en esta investigación.

2.1 Resumen

Con la finalidad de conocer y caracterizar inicialmente el aceite del híbrido interespecífico OxG, se realizó el muestreo en tres plantas de beneficio del fruto de palma de aceite, específicamente del material Coarí×La Mé. Cada muestra, por planta, fue denominada como H1, H2 y H3, a los cuales se les evaluaron: concentración de α - y β - caroteno, α -, β + γ , δ Tocs y α -, β + γ , δ T3s a través de cromatografía líquida de alta eficiencia en fase reversa (HPLC – RP), concentración de carotenoides totales a través de método espectrofotométrico, perfil de ácidos grasos (PAG), índice de ácidos grasos libres (AGL), índice de peróxidos (IP), humedad (H) e índice de blanqueabilidad (DOBI, por sus siglas en inglés). De las tres plantas, los resultados evidenciaron un valor máximo de concentración de carotenoides totales de $1128,95 \pm 1,71$ mg/kg determinado por método

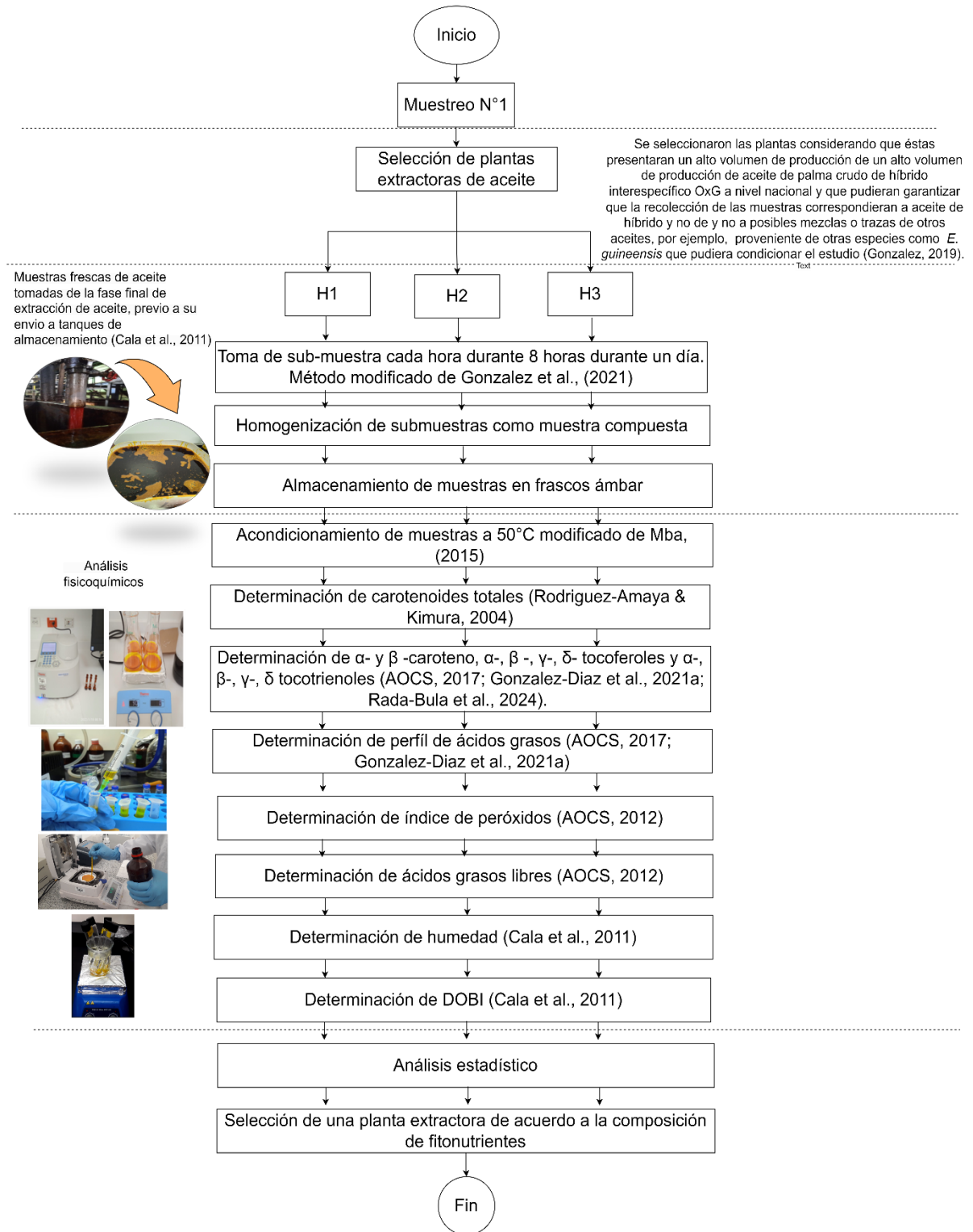
espectrofotométrico y un valor máximo de 865,63 mg/kg como la sumatoria de α - y β -caroteno. Para ambos casos, los valores encontrados fueron superiores a los reportados en literatura para la especie *E. guineensis*, el cual registra que la concentración de estos compuestos puede estar entre 500 a 700 mg/kg. Con relación a la sumatoria de tocoles (Tocs y T3s), éstos presentaron un contenido máximo $835,62 \pm 8,65$ mg/kg, cercano a lo reportado en literatura para este cruce. Con relación a los índices asociados a la estabilidad del aceite, se comprobó que las muestras se encuentran con porcentajes de IP, AGL, DOBI y H dentro de los rangos aceptables por las Normas Técnicas Colombianas (NTC 218 de 2011 y NTC 5895 de 2011). No se evidenciaron diferencias significativas con relación a la concentración de PAG entre plantas, los resultados mostraron mayor concentración de ácido oleico con relación al ácido palmítico con un valor promedio entre plantas de $54,85 \pm 0,30$ p/p y $30,50 \pm 0,44\%$ p/p. Esta caracterización inicial del aceite de híbrido reflejó que las muestras presentan una concentración de α - β - caroteno, α -, β + γ -, δ -Tocs y T3s, además de valores de IP, AGL, DOBI y H dentro de los valores de referencia requeridos por norma, identificando una composición potencial que puede ser incluido en procesos tecnológicos alimentarios posteriores, sin embargo, cabe resaltar que cada muestra de aceite crudo de híbrido recolectada en la investigación no es única y por consiguiente, no representa el comportamiento global de este aceite a nivel nacional frente a los obtenidos en otros cultivares, zonas y plantas de beneficio, pero para efectos de esta investigación, se seleccionó la muestra H1 como la más adecuada para el desarrollo de los objetivos posteriores al presentar una mayor concentración de fitonutrientes frente a las otras muestras evaluadas.

Palabras clave: Aceite de palma crudo, híbrido, carotenoides, tocoferoles, tocotrienoles, palma, aceite.

2.2 Materiales y métodos

Para el desarrollo de esta primera fase experimental de caracterización, se realizó el siguiente diseño metodológico (Figura 2-1).

Figura 2-1. Diseño metodológico para la toma de muestra y análisis fisicoquímicos realizados en el objetivo 1.



2.2.1 Caracterización del aceite crudo de palma del híbrido O×G

Se analizaron muestras de aceite crudo de palma (APC) de genotipo híbrido O×G Coarí×La Mé de dos zonas del país donde se presenta mayor producción de aceite crudo: dos muestras provenientes de la zona oriental, denominadas para este caso como muestras H1 y H2 (Guaicaramo S.A.S. y Hacienda La Cabaña S.A.) y una muestra proveniente de la zona norte denominada como muestra H3 (Bioplanta Palmera para el Desarrollo S.A.). Durante la recolección de las muestras, las plantas garantizaron que éstas fueran provenientes de híbrido y no presentaran mezclas involuntarias por el procesamiento en planta de otros aceites, por ejemplo, *E. guineensis* (Gonzalez–Díaz et al., 2019).

Las tres muestras fueron obtenidas por prensado mecánico en planta y no presentaron ningún proceso de refinación previo. Las muestras se tomaron directamente de la salida de “Aceite Terminado”, recolectando 2,5 L de aceite de palma crudo por hora en un tiempo total de 8 horas. Las muestras fueron almacenadas en frasco color ámbar y conservadas a temperatura de refrigeración ($4^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$) hasta la realización de los respectivos análisis fisicoquímicos de caracterización. Los ensayos cromatográficos fueron realizados en el Laboratorio de Procesamiento del Campo Experimental Palmar de las Cocoras, Paratebueno – Cundinamarca y los análisis volumétricos fueron realizados en el Laboratorio de Análisis en Alimentos de Origen Vegetal y en el Laboratorio de Análisis Físicoquímico de Alimentos, del Instituto de Ciencia y Tecnología de Alimentos – ICTA.

2.2.2 Análisis fisicoquímicos

▪ Determinación de carotenoides totales

Se realizó la estandarización del método de determinación de carotenoides totales, basado en la metodología sugerida por Rodríguez-Amaya & Kimura, (2004) con modificaciones, empleando el método espectrofotométrico siguiendo la ley de Beer Lambert. Para ello, primeramente, se realizó la preparación de una solución madre empleando β - caroteno ($\geq 93\%$) UV (Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA). Partiendo del peso molecular del estándar y del grado de pureza de éste, se preparó una solución madre en cloroformo grado analítico (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA). Se preparó una solución madre de concentración de 920,7 mg β - caroteno/L. A partir de esta solución se prepararon

soluciones de concentraciones: 2, 4, 5, 7, 8 y 12 μL de β -caroteno /mL de solución y se realizó la disposición de cada solución en una celda de cuarzo para realizar la medición de absorbancia a una longitud de onda de 465 nm en un espectrofotómetro Genesys 10 s UV – Vis. Para la medición de las muestras, se prepararon 30 mg de APC en 5 mL de cloroformo y se tomó la medición de la absorbancia correspondiente. El cálculo de la concentración de β -caroteno en la muestra de aceite crudo en $\mu\text{g/g}$ de muestra se realizó de acuerdo con la ecuación 2.1.

$$\frac{\mu\text{g de } \beta\text{-caroteno}}{\text{g muestra}} = \frac{\mu\text{g de } \beta\text{-caroteno}}{\text{mL}} \times \frac{\text{Volumen de dilución de la muestra de aceite (mL)}}{\text{masa de la muestra (g)}} \quad (2.1.)$$

- **Determinación de α - y β -caroteno, α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles.**

Las determinaciones se realizaron de manera simultánea empleando un Cromatógrafo Líquido de Alta Eficiencia (HPLC) en fase reversa (RP) Hitachi LaChrome Merck D-7000 con detector de diodos (DAD) a una longitud de onda 450 nm y detector de fluorescencia a una longitud de onda de excitación de 290 nm y una longitud de onda de emisión de 330 nm, temperatura del horno a 30°C y columna Chromolith RP – 18 e (100 mm x 4,6 mm) de marca Merck. La fase móvil del sistema fue elución por gradiente de acetonitrilo: agua. Las muestras fueron preparadas realizando el pesaje de 30 \pm 10 mg de muestra de aceite en 1,5 mL de 2-propanol (PanReac AppliChem ITW Reagents, Barcelona, España), posteriormente homogenizó en vortex a 3600 rpm y fueron filtrados empleando un filtro de jeringa Millex de 0,22 μm de material PVDF (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) (Rada–Bula et al., 2024).

Las concentraciones de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles presentes en las muestras de aceite fueron reportadas en $\mu\text{g/g}$ de muestra, tomando como base la curva de calibración con patrones de α - β - caroteno y de α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles. La determinación fue realizada de acuerdo con el método de la AOCS Official Method Ce 8-89 (AOCS, 2017; Gonzalez-Diaz et al., 2021a; Rada–Bula et al., 2024)

- **Determinación de perfil de ácidos grasos**

La determinación de ácidos grasos se realizó de acuerdo con método AOCS Ce 2–66 y Ce 1–62 (Gonzalez-Diaz et al., 2021a; AOCS, 2017). Las muestras fueron saponificadas con

1 mL de KOH en metanol (PanReac AppliChem ITW Reagents, Barcelona, España) para derivar los respectivos metil ésteres de los ácidos grasos (FAMEs por sus siglas en inglés). Se adicionó 2 mL de trifluoruro de boro en metanol al 20% y finalmente se realizó la extracción con hexano. Se realizó la inyección de 1 µL de la solución en un cromatógrafo de gases Agilent Technologies 7890 A con detector de ionización de llama (FID), dotado de una columna DB-23 60 m x 0,25 mm D.I. x 0,25 µm f.e. J&W Scientific, una relación de Split de 50:1, hidrógeno como gas de arrastre a flujo constante. Los FAMEs se identificaron por comparación con los tiempos de retención de la mezcla estándar, que fue analizada previamente bajo las mismas condiciones cromatográficas. Posteriormente la cuantificación se realizó con el método de normalización de áreas. Los datos fueron expresados en porcentaje relativo de los componentes en la muestra de aceite, teniendo en cuenta la relación relativa de las áreas.

▪ **Determinación de índice de peróxidos (IP)**

Se realizó siguiendo el método Cd 8-53 (AOCS, 2012b). Para esta determinación se pesaron 5 g de muestra de aceite y se agregó 30 mL de una ácido acético-cloroformo (PanReac AppliChem ITW Reagents, Barcelona, España) (3:2), luego 0,5 mL de solución sobresaturada de yoduro de potasio (PanReac AppliChem ITW Reagents, Barcelona, España) agitando por tiempo de 1 minuto y deteniendo la reacción adicionando 30 mL de agua destilada. Se realizó la titulación empleando tiosulfato de sodio (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) a 0,01 N, adicionando una solución de almidón (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) a la muestra. También se tituló un blanco con la finalidad de hacer la respectiva corrección (Rada-Bula et al., 2024). Los valores fueron expresados como miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de muestra y se calculó a través de la Ecuación 2.2.

$$\text{Índice Peróxido} = \frac{(\text{Volumen titulante muestra} - \text{Volumen titulante blanco}) * \text{Normalidad} * 1000}{\text{Peso de muestra}} \quad (2.2).$$

▪ **Determinación de ácidos grasos libres (AGL)**

Se determinó mediante el método Ca5a-40 (AOCS, 2012a). Se realizó la prueba pesando aproximadamente 5 g de muestra de aceite y se adicionó alcohol de 96° neutralizado con NaOH (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) 0.1 N. Se valoró la solución en NaOH 0,1 N empleando como indicador fenolftaleína al 1% y se realizaron los cálculos

respectivos como se muestra en la ecuación 1-3. Por tratarse de aceite del cruce OxG los datos se expresaron en términos de % de ácido oleico debido a que es este ácido graso se encuentra en mayor cuantía en este tipo de aceite (Rada-Bula et al., 2024) (Ecuación 2.3).

$$AGL = \frac{28,2 \times \text{Volumen de NaOH gastado (mL)} \times \text{Normalidad de NaOH (N)}}{\text{Peso de la muestra (g)}} \quad (2.3)$$

▪ **Determinación de DOBI**

Se realizó la determinación de DOBI por método espectrofotométrico. A 20 mg de muestra de aceite se adicionó 10 mL de iso-octano (PanReac AppliChem ITW Reagents, Barcelona, España) y se agitó hasta homogenizar. Se tomó la lectura de absorbancia de la solución a dos longitudes de onda: 269nm y 446 nm en un en un espectrofotómetro UV-VIS. Se tomaron 2 blancos de solvente y se tomaron las lecturas, cada uno a las longitudes de onda correspondiente para realizar la corrección de los datos. El cálculo de DOBI corresponde a la relación de la absorbancia registrada a 446 nm (para la lectura de los productos antioxidantes presentes en el aceite, principalmente carotenoides) y a 269 nm que corresponde a la lectura de los compuestos producto de la oxidación secundaria (Cala A. et al., 2011) como en la ecuación 2.4.

$$DOBI = \frac{\text{Absorbancia a 446 nm}}{\text{Absorbancia a 269 nm}} \quad (2.4)$$

▪ **Determinación de Humedad**

La determinación se realizó por pérdidas de humedad hasta peso constante a través de una termobalanza con lámpara infrarroja, en donde se adicionó 10 g de APC para la prueba (Cala A. et al., 2011). La pérdida de peso se registró 0,7 minutos después, una vez que la lectura fuera uniforme y no existiera variaciones. Los cálculos se realizaron por la ecuación 2.5.

%Humedad y material volátil =

$$\frac{\text{peso de la muestra al inicio de la prueba} - \text{peso de la muestra después de la prueba}}{\text{peso de la muestra al inicio de la prueba}} \times 100 \quad (2.5.)$$

2.2.3 Análisis estadístico

Los valores de cada análisis realizado fueron reportados como valores promedios y desviaciones estándar. Adicionalmente, para cada parámetro evaluado, se realizó un ANOVA de una vía con un nivel de significancia de 0,05. Para los casos en los que fueron determinados diferencias significativas, se realizaron Prueba de Rangos Múltiples LSD con un nivel de significancia de 0,05 a través del software Statgraphics Centurion 16.103.

2.3 Resultados y discusión

2.3.1 Contenido de Carotenoides totales, α - y β - caroteno

Los resultados de la determinación de carotenoides totales por método espectrofotométrico se relacionan en la Tabla 2-1. Los resultados muestran que la concentración de carotenoides totales para cada muestra de APC de híbrido O×G presentan un valor mínimo de $871,12 \pm 15,42$ mg/kg y un máximo de $1128,95 \pm 1,7$ mg/kg. Estos valores se encuentran por encima de la sumatoria de los isómeros α - y β - caroteno determinados por HPLC. Esto se explica, debido a que la técnica espectrofotométrica determina todos los compuestos cromóforos a una longitud de onda de 465 nm. De acuerdo con Corley & Tinker, (2016); Mba et al. (2015); Sundram et al. (2003), de manera general, el APC presenta contenidos de γ - caroteno, xantofilas y licopeno en valores no superiores a 3,3% en la fracción insaponificable del aceite crudo, compuestos que también presentarían un rango de absorbancia similar y explicaría este comportamiento. En este sentido, Rodríguez-Amaya & Kimura, (2004) reporta que el licopeno, un carotenoide insaturado y acíclico que presenta 11 dobles enlaces conjugados, es de color rojo y presenta tres picos de absorbancia en cloroformo: 458, 484 y 518 nm, para el caso del γ - caroteno, éste es monocíclico, de color rojo-naranja y presenta un espectro de absorbancia intermedio entre el licopeno y el β -caroteno, siendo este último de 435, 461 y 485 nm en cloroformo (Rodríguez-Amaya & Kimura, 2004).

Esta metodología resulta pertinente pues, dentro de esta caracterización permite obtener las primeras pistas de la concentración de carotenoides presentes en las muestras (Rodríguez-Amaya & Kimura, 2004). Para el caso de esta investigación, estos valores permiten tomar decisiones de manera ágil para la fijación de parámetros y ajuste de

condiciones de operación para el proceso de ultrafiltración planteado en el siguiente objetivo (Capítulo 3).

Por otro lado, analizando los resultados obtenidos con relación al contenido de α - y β -caroteno encontramos en un rango de carotenoides total entre 604,12 a 865,63 mg/kg. Los datos fueron analizados a través de un análisis de varianza donde se encontró diferencias significativas ($p < 0,05$) entre el contenido de α -, β - y la sumatoria de estos dos isómeros como contenido de carotenoides totales. De estos resultados, la muestra con mayor concentración de isómeros de carotenoides y por consiguiente, de carotenoides totales corresponde a la H1.

Se compararon estos resultados con híbridos de palma Coarí×La Mé estudiados en el país como lo registrado por Chaves et al., (2018); Mozzon et al., (2015) y S. M. Rincón et al., (2013). En la Tabla 2-1, se muestran que los valores de las muestras analizadas en esta caracterización (H1, H2 y H3), los cuales se encuentran en un rango entre $604,12 \pm 3,85$ y $865,63 \pm 14,96$ mg/kg. Estos valores son comparables con lo reportado por Amado, (2010) quien evidenció 559 mg/kg de carotenoides totales en sus muestras, mientras que Chaves et al., (2018); Mozzon et al., (2018); Rincón Miranda & Martínez Cárdenas, (2009) quienes reportaron valores por encima de 1000 mg/kg.

Estas variaciones podrían atribuirse a características intrínsecas propias del cultivar como zona geográfica, edad de la planta, nutrición del suelo, tiempo de cosecha y las condiciones en el procesamiento de los racimos en las plantas de extracción de aceite, podrían tener un efecto sobre la composición fisicoquímica del aceite pese a que se trata de un mismo cruce genético (Gonzalez-Diaz et al., 2021b; Rada-Bula et al., 2023; Romero-Angulo, 2023).

Observando los resultados de H1, H2 y H3 con relación a lo reportado para su congénere *E. guineensis* (Tabla 2-1), tanto por zonas geográficas del país (Oriental y Occidental) como por los reportes encontrados en otras variedades (Amado, 2010; Mba et al., 2015; S. Rincón & Martínez, 2009; S. Rincón & Martínez, 2009), los carotenoides totales del *E. guineensis* se encuentra por debajo de las concentraciones estimadas para el híbrido de palma (valores entre 419 y 500 mg/kg). Este resultado se encuentra de acuerdo con lo reportado por Bastidas et al., (2013) quien atribuye al cruce interespecífico O×G una mejora en la calidad y composición del aceite en cuanto al contenido de fitonutrientes.

Tabla 2-1. Contenido α -; β - caroteno y carotenoides totales en el híbrido de palma CoaríxLa Mé objeto de estudio y comparación con referencias bibliográficas.

		α -caroteno	β -caroteno	Total carotenoides*	Determinación de carotenoides totales **
Muestras analizadas	H1(mg.kg ⁻¹)	243,93 \pm 5,20 ^c	621,71 \pm 10,45 ^c	865,63 \pm 14,96 ^c	1128,95 \pm 1,71 ^c
	H2(mg.kg ⁻¹)	168,92 \pm 6,97 ^a	435,20 \pm 5,07 ^a	604,12 \pm 3,85 ^a	871,12 \pm 15,42 ^a
	H3(mg.kg ⁻¹)	204,13 \pm 6,12 ^b	578,02 \pm 7,86 ^b	782,15 \pm 23,98 ^b	1084,11 \pm 16,91 ^b
Muestras de híbrido Coarí x La Mé estudiadas por otros autores	Chaves et al., (2018) (mg.kg ⁻¹)	447,90 – 577,70	724.,0 – 911,80	1172,10-1449,60	-
	Mozzon et al., (2015) (mg.kg ⁻¹)	-	-	10389,30 - 1004,90	-
	S. M. Rincón et al., (2013) (mg.kg ⁻¹)	-	-	820 – 974	-
	Amado, (2010)(mg.kg ⁻¹)	206	352	559	-
Muestras de <i>E. guineensis</i> estudiadas por otros autores	(Mba et al., 2015)(mg.kg ⁻¹)	30,00–35,16	50,0–56,02	500,00–700,00	-
	(S. Rincón & Martínez, 2009) (mg.kg ⁻¹) Zona Oriental	151 – 331	268-462	419-794	-
	(S. Rincón & Martínez, 2009) (mg.kg ⁻¹) Zona Norte	171 – 260	290 – 407	461 – 666	-

*Total carotenoides hace referencia al contenido de carotenoides totales determinado por HPLC.

**La determinación de carotenoides totales corresponde a la determinación realizada por técnica espectrofotométrica. Letras diferentes en sentido vertical indican diferencias significativas entre los APC evaluados (p<0,05).

Si se compara el contenido de carotenoides totales, únicamente como la sumatoria de α - y β - caroteno con otras fuentes de origen vegetal como la ahuyama (212,1 mg/kg) y la zanahoria (98,6 mg/kg) (Tabla 2-2), se observa que estos compuestos se encuentran en proporciones mayores en el APC. Este hecho permite inferir que el aceite puede ser considerado como una materia prima natural fuente de una importante concentración de fitonutrientes con potencial para ser aplicado en diferentes procesos tecnológicos dentro de la industria alimentaria, farmacéutica y cosmética, y las respectivas áreas de conocimiento derivadas de éstas: nutricosmética, nutraceutico y cosmeceutico para el desarrollo de alimentos funcionales, suplementos alimenticios, entre otros (Anunciato & Alves, 2012).

Algunos reportes como el de Mora & Baracaldo, (2004), respaldan este hecho. Estudios previos realizados por los autores, vieron que la inclusión del aceite de palma dentro de la dieta diaria podría cubrir los requerimientos nutricionales de vitamina A, hasta de 4 mL/día incluyendo en este valor las posibles pérdidas por cocción. Desde este punto de vista, en países como África, Stuijvenberg et al., (2001) logró estudiar el efecto que tiene la incorporación de APC (sin ningún previo proceso de concentración de fitonutrientes) en la elaboración de galletas, obteniendo al final del proceso un alimento con una concentración final de 400 mg/kg, sirviendo además como reemplazante de la proporción grasa en este alimento. Estudios aislados sobre el efecto de los carotenoides sobre la salud, han evidenciado el efecto positivo de estos compuestos sobre la prevención de enfermedades como algunos tipos de cáncer, enfermedades cardiovasculares, degeneración macular relacionada con la edad y formación de catarata, debido a la actividad antioxidante, comunicación intracelular y actividad en el sistema inmunológico de los carotenoides (Khalid et al., 2019; Saini et al., 2015; Stahl & Sies, 2005).

Tabla 2-2. Concentración de carotenoides, α - y β - caroteno en algunas fuentes de origen vegetal.

Fuente de origen natural	α - caroteno	β - caroteno	Carotenoides totales
Zanahoria	45,0	53,6	98,6
Ahuyama	39,9	172,2	212,1
*Aceite crudo de palma (<i>E. guineensis</i>) (APC)	30,0 – 331,0	50,0-413,0	80 – 744
**Aceite crudo de palma OxG (APAO)	168,0 – 243,0	435,0 – 621,0	603-864

* y ** son los valores máximos y mínimos reportados en la Tabla 2-2. Los valores de APC son los resultados obtenidos de los análisis fisicoquímicos del presente estudio.

Carotenoides totales hace referencia, en este caso, únicamente a la suma de α – γ β – caroteno.

Fuente: Modificado de Saini et al., (2015).

2.3.2 Contenido de α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles

Los resultados obtenidos se relacionan en la Tabla 2-3 muestran que los híbridos de palma evaluados presentan un contenido de tocoferoles y tocotrienoles que varía entre 381,36 a 835,62 mg/kg. Estos valores encontrados en las muestras de aceite crudo de híbrido OxG presentaron diferencias significativas, siendo la muestra H1 la que reporta un mayor contenido de estos compuestos. Realizando una comparación con reportes de cultivares de híbrido de palma Coarí×La Mé cultivados en Colombia, se encuentra que el valor total

de tocoles de los híbridos analizados, se encuentra por debajo de lo reportado para este cruce en estudios previos de Cenipalma (923-1139 - 1215-1277 mg/kg) (Rincón & Martínez, 2009) y si se compara estos valores con uno de los parentales, en este caso con *E. oleifera*, también evaluado en Colombia, se encuentra, que tanto las muestras H1, H2 y H3 como los valores de Tocs y T3s reportados por Chaves et al., (2018) para el híbrido, se encuentran por debajo a los *E. oleifera* analizadas en la zona oriental y norte del país.

Realizando un análisis por cada uno de los isómeros, se encuentra que, en las muestras de aceite crudo de palma O×G analizadas, el β + γ -tocotrienol se ubican en mayor proporción con relación a los demás isómeros. Este resultado resulta ser positivo, pues estudios han evidenciado que éstos compuestos tienen un efecto antioxidante incluso 40 veces más que el efecto que podría tener el α -tocoferol por separado (Amparo et al., 2009; Raederstorff et al., 2015). Desde el punto de vista nutricional y bioactivo, el contenido de estos compuestos en el aceite lo hace atractivo, en especial por su función antioxidante, secuestrando el oxígeno singlete del medio oleoso (Saini & Keum, 2016), sin embargo, faltaría más valores de referencia para poder concluir este comportamiento de los híbridos de palma, pues está condicionado por las características intrínsecas, en este caso de la edad, variedad y zona geográfica cultivada.

2.3.3 Perfil de ácidos grasos

Los ácidos grasos de mayor concentración en el APC corresponden en orden al ácido palmítico, oleico y linoleico. Las muestras de H1, H2 y H3 no presentaron diferencias con relación a su perfil de ácidos grasos ($p < 0,05$). Realizando una comparación con valores obtenidos con *E. guineensis*, se observa un incremento en el porcentaje de ácido oleico (53% vs 41,1%), y una disminución del porcentaje de ácido palmítico (30% vs 40,1%) (Tabla 2-4). El ácido linoleico no presentó variaciones con relación a lo reportado para *E. guineensis*. Estos resultados van de acuerdo con lo reportado por Mozzon et al., (2013) y con Ayala-Díaz et al., (2023) quienes reportaron recientemente los rangos mínimos y máximos de cada ácido graso para híbrido, para este caso, realizando la comparación

Tabla 2-3. Contenido tocoferoles y tocotrienoles en el híbrido de palma Coarí×La Mé y valores de referencia para el híbrido y los parentales *E. oleífera* y *E.guineensis* provenientes de las zonas oriental y norte del país.

		δ -Tocotrienol	β + γ -Tocotrienol	α -Tocotrienol	β + γ -Tocoferol	α -Tocoferol	Total tocoles	
Muestras analizadas (Coarí x La Mé)	H1 (mg.kg⁻¹)	43,65 ± 0,31 ^c	536,32 ± 37,62 ^b	152,02 ± 5,99 ^b	33,14 ± 1,66 ^c	70,49 ± 1,28 ^b	835,62 ± 8,65 ^c	
	H2 (mg.kg⁻¹)	30,28 ± 0,48 ^a	279,51 ± 1,72 ^a	49,96 ± 2,87 ^a	11,97 ± 1,14 ^a	6,46 ± 1,35 ^a	381,36 ± 3,92 ^a	
	H3 (mg.kg⁻¹)	31,09 ± 0,00 ^b	350,30 ± 96,62 ^a	123,83 ± 15,11 ^b	20,63 ± 1,30 ^b	6,47 ± 2,44 ^a	536,55 ± 11,37 ^b	
Muestras estudiadas por otros autores (Coarí x La Mé)	(Chaves et al., 2018) (mg.kg⁻¹)	45,6	666	199,3	-	26,8	937,6	
	(Rincón et al., 2013) (mg.kg⁻¹)	-	-	-	-	-	872-1931	
Muestras estudiadas por otros autores	(<i>E. oleífera</i>)	(Chaves et al., 2018) (mg.kg⁻¹)	30,2	827,5	45,1	-	46,3	949,1
	(<i>E. guineensis</i>)	Zona Oriental (mg.kg⁻¹)	65-97	465-619	238-319	-	122-185	923-1139
		Zona Occidental (mg.kg⁻¹)	103-115	640-665	310-336	-	161-162	1215-1277

* *E. oleífera* Coarí x *E. guineensis* La Mé Colombia de 7 años.

***E. oleífera* Sinú de Colombia de 34 años

Letras diferentes en sentido vertical indican diferencias significativas entre los APC evaluados (p<0,05)

Tabla 2-4. Perfil de ácidos grasos en los híbridos de palma Coarí x La Mé (H1, H2 y H3) y valores de referencia encontrados en literatura.

Ácido graso	Ayala-Díaz et al., (2023)			Mozzon et al., (2013)		
	H1	H2	H3	Híbrido (CoaríLa Mé)	Híbrido	<i>E. guineensis</i>
	(% ^{p/p})	(% ^{p/p})	(% ^{p/p})	(% ^{p/p})	(% ^{p/p})	(% ^{p/p})
Láurico (C12:0)	0,02±0,00	0,07±0,00	0,13±0,03	-	0,5-1,7	0,7-0,8
Mirístico (C14:0)	0,33±0,01	0,25±0,00	0,33±0,03	-	0,5-0,9	0,9-1,0
Pentadecanoico	0,07±0,00	0,05±0,00	0,07±0,00	-	-	-
Palmitico (C16:0)	30±0,15	30,45±0,10	29,34±0,03	28,90-30,40	27,7-29-5	40,0-40,2
Palmitoleico (C1 2)	0,40±0,00	0,42±0,01	0,40±0,01	-	-	-
Margarico (C17:0)	0,09±0,01	0,07±0,00	0,09±0,00	-	-	-
Estearico (C18:0)	2,82±0,05	2,00±0,01	2,72±0,00	2,50-2,90	2,6-3-1	4,9-5,1
Oleico (C18:1n9c)	53,52±0,25	53,7±0,07	54,04±0,03	52,60-54,90	53,5-55,2	41,1-41,6
Vaccenic(C18:1n)	1,32±0,00	1,71±0,00	1,36±0,00	1,10-1,30	-	-
Linoleico (C18:2)	10,64±0,05	10,56±0,03	10,85±0,02	10,90-11,50	10,7-11,5	10,5-10,6
α-Linolenico (C18:3n3)	0,35±0,01	0,34±0,00	0,35±0,00	-	-	-
Araquidico (C20: 20)	0,31±0,01	0,23±0,00	0,26±0,00	-	-	-
Gondoico (C20:1n)	0,13±0,00	0,16±0,01	0,15±0,01	-	-	-

con el cruce Coarí×LaMé que es el cruce estudiado en esta investigación y que ha sido citado en la Tabla 2-4.

De manera general y de acuerdo con estos resultados, se puede explicar la denominación adoptada para este aceite como “Aceite Alto Oleico” pues predomina este ácido graso (Romero-Angulo, 2023).

2.3.4 Índice de ácidos grasos libres (AGL)

En el APC de híbrido el mayor contenido de AGL proviene del ácido oleico, el cual se encuentra en mayor cuantía en el perfil de ácidos grasos para este material, contrario a lo que ocurre en AGL proveniente de su parental *E. guineensis*, en donde el ácido palmítico es el ácido graso que se encuentra en mayor proporción como se muestra en la Tabla 2-5. Este índice determina el contenido de AGL presentes en la muestra, el cual es expresado en porcentaje másico (Grasas y Aceites Vegetales y Animales. Determinación Del Índice de Acidez y de La Acidez, 2011). Estos ácidos grasos libres son el resultado de la hidrólisis de algunos triglicéridos, el cual puede encontrarse en valores entre 2,5 y 5% en el aceite crudo de palma (S. Rincón & Martínez, 2009), el cual es un indicativo de las buenas prácticas de extracción desde la planta de beneficio (Tabla 2-5).

Normalmente, para el caso de la especie *E. guineensis*, la NTC 5895 solicitaba el reporte de este índice en porcentaje de ácido palmítico, que corresponde al ácido graso de mayor proporción en este material, sin embargo, por recomendaciones de la Corporación Centro de Investigación de la Palma de Aceite – Cenipalma, se sugiere expresarlo en porcentaje de ácido oleico. Dentro de lo reportado en la Tabla 1-6, los valores de índice de AGL no exceden el 5%, estando las muestras dentro de los rangos permitidos para este aspecto por las características intrínsecas, en este caso de la edad, variedad y zona geográfica cultivada.

2.3.5 Índice de peróxidos

El índice de peróxidos es un indicativo de la formación de peróxidos e hidroperóxidos, como productos iniciales de la oxidación del aceite, se generan a partir de la formación de

ácidos grasos libres (Tan et al., 2000). Debido a que se presentó una baja formación de AGL en las muestras de híbrido de palma (Tabla 2-5), estos valores van en consecuencia con los valores reportados para el índice de peróxidos, los cuales, de igual manera, no superan el 5%. En caso de que hubiera existido una oxidación tanto primaria como secundaria, sería atribuido posiblemente a la presencia de trazas de metales como hierro y cobre, sobrecalentamiento de la muestra, presencia directa de la luz o un alto contenido de clorofila (Rincón & Martínez, 2009) que propiciaría procesos de fotooxidación (Piedrahita Correa, 2015), que son condiciones propias a las cuales podría estar expuesto el aceite posterior a su extracción (Rincón & Martínez, 2009).

Tabla 2-5. Índice de peróxidos, AGL, DOBI y humedad en las muestras de híbrido de palma.

Muestra	Índice de peróxidos			
	(meq de peróxidos/1000 g de muestra)	AGL (% ácido oleico)	DOBI	Humedad (%)
H1	0,00 ± 0,00 ^c	2,33 ± 0,22 ^b	4,05 ± 0,08 ^a	0,12 ± 0,01 ^b
H2	3,09 ± 0,16 ^a	3,68 ± 0,02 ^a	2,06 ± 0,04 ^c	0,04 ± 0,01 ^a
H3	2,68 ± 0,15 ^b	2,50 ± 0,12 ^b	3,81 ± 0,11 ^b	0,05 ± 0,01 ^a

Letras diferentes de manera vertical indican diferencias estadísticamente significativas ($p \leq 0,05$).

2.3.6 Humedad y DOBI

DOBI es un indicador que se ha incorporado dentro de los índices de calidad del aceite, pues no sólo permite inferir sobre la blanqueabilidad de éste en procesos de refinación, sino que habla también sobre la estabilidad del mismo. Éste es un parámetro exclusivo del aceite de palma y relaciona el contenido de carotenoides totales (determinados a una longitud de onda de 446 nm) y con respecto al contenido de compuestos carbonilos (determinados a una longitud de onda de 269 nm), producto de una oxidación (S. Rincón & Martínez, 2009).

La escala de DOBI indica que valores por debajo de 1,68 corresponden a los aceites con más baja estabilidad y valores por encima de 3,24 corresponden a aceites que tiene una mejor condición de este parámetro (Rincón & Martínez, 2009; Urueta, 2007). Los resultados de este estudio mostraron valores de DOBI fueron cercanos a 3, lo que significa

que la relación de carotenoides es más alta que el contenido de compuestos carbonilos, del cual se puede inferir que el aceite de los híbridos analizados presentan una buena calidad y bajos índices de deterioro atribuido al contenido de compuestos carbonilos (Tabla 2-5). Este hecho, coincide con los resultados obtenidos en las determinaciones de índice de peróxidos y acidez. Finalmente, en la misma Tabla 2-5 se muestra que el valor de humedad en el aceite se encuentra entre 0,4 y 0,12, sin embargo, el valor permisible es de máximo 0,5%, dentro de las plantas de beneficio lo que corrobora que solo dos de los híbridos analizados cumplen tanto con las características de estabilidad como de calidad (S. Rincón & Martínez, 2009).

2.4 Conclusiones

La caracterización fisicoquímica mostró una concentración de carotenoides totales entre $604,12 \pm 3,85$ mg/kg y $865,63 \pm 14,9$ mg/kg. La concentración de carotenoides totales en esta investigación como sumatoria de α - y β - caroteno, se encuentra por encima a lo reportado para *E. guineensis* a nivel nacional.

Las muestras presentaron una concentración de Tocs y T3s entre $381,36 \pm 3,92$ mg/kg y $796,76 \pm 8,65$ mg/kg. Estos valores, aunque se encuentra por debajo de lo reportado en literatura, la concentración de T3s sigue siendo predominante, que sin duda tiene una biológica y nutricional importante que puede ser igualmente aprovechada.

Todas las muestras analizadas presentaron valores de índice de peróxidos, ácidos grasos libres e índice de blanqueabilidad (DOBI) dentro de lo establecido por la normatividad colombiana (NTC 218 de 2011 y NTC 5895 de 2011). en especial los valores de índice de peróxidos y ácidos grasos libres con rangos entre n.d.- $3,09 \pm 0,16$ y $2,33 \pm 0,22$ - $3,68 \pm 0,02$; respectivamente, y que indican que las muestras no presentan un estado avanzado de oxidación.

La composición reportada en el presente estudio confirma que el aceite híbrido de palma O×G presenta mayor concentración de α - y β - caroteno, comparado con otras fuentes de origen natural. Los valores reportados de perfil de ácidos grasos no presentaron diferencias significativas entre las muestras H1, H2 y H3, reportando una menor concentración de ácido palmítico (C16:0), con valores entre $29,34 \pm 0,03$ a $30,45 \pm 0,10$ y mayor proporción de

ácido oleico (C 18:1), el cual se encuentra entre $53,52\pm 0,25$ y $54,04\pm 0,03$ de ácido oleico (C 18:1).

Aunque no existe una caracterización única del aceite híbrido de palma (OxG), este estudio permite validar el rango en el cual se encuentran estos compuestos en el aceite. Específicamente para este caso de estudio, se seleccionó la planta H1 como toma de muestra de los aceites a emplear en los objetivos siguientes, debido a que para este caso, presentó una mayor concentración de carotenoides, Tocs y T3s, así como los índices de calidad dentro de los límites aceptados para la normativa colombiana. Sin embargo, la caracterización de las muestras provenientes de H2 y H3 también presentan una concentración importante de estos compuestos.

2.5 Bibliografía

Amado, M. A. (2010). Seguimiento a las pérdidas de fitonutrientes durante el proceso de refinación del aceite de palma. Universidad Nacional de Colombia.

Amparo, L., Marchena, U., Alejandra, G., Parra, M., Adelaida, M., Quiroz, C., Henao, D. C., Zapata, P. A., Mira, L. L., Castaño, E., María, Á., López, S., Vanegas, C. V., Loaiza, M. C., & Gómez, B. D. (2009). Efecto de los compuestos bioactivos de algunos alimentos en la salud. *Perspectivas En Nutrición Humana*, 11(1), 27–38.

Anunciato, T. P., & Alves, P. (2012). Carotenoids and polyphenols in nutricosmetics , nutraceuticals , and cosmeceuticals. *Journal of Cosmetic Dermatology*, 11, 51–54.

AOCS. (2012a). Free fatty acids. Official Method Ca 5a-40. (6th Edition).

AOCS. (2012b). Peroxide Value, Acetic Acid Official Method Cd 8-53 (6th Edition).

AOCS. (2017). Tocopherols and tocotrienols in vegetable oils and fat by HPLC. Official Method Ce 8-89 (7th edition).

Ayala-Díaz, I., Tupaz, A., Daza, E., Ávila, R., Montoya, C., & Romero, H. (2023). Mejoramiento genético de los cultivares híbridos interespecíficos OxG. In híbridos interespecíficos OXG de palma.

Bastidas, S., Peña, E., & Reyes, R. (2013). Pregunta sobre palma de aceite *Elaeis Guineensis* Jacq., palma Nolí *Elaeis oleissfera* (Kunth) Cortées y los híbridos interspecificos Nolí x Palma de aceite (*E. oleisfera* x *guineensis*).

Cala A., S. L., Yánez Angarita, E. Eduardo., & Jesús A., G. N. (2011). Manual de procedimientos de laboratorio en plantas de beneficio. Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite - CENIPALMA.

Chaves, G., Ligarreto-Moreno, G. A., & Cayon-Salinas, D. G. (2018). Physicochemical characterization of bunches from American oil palm (*Elaeis oleifera* H.B.K. Cortes) and their hybrids with African oil palm (*Elaeis guineensis* Jacq.). *Acta Agronomica*, 67(1), 168–176. <https://doi.org/10.15446/acag.v67n1.62028>

Corley, R. H. V., & Tinker, P. B. (2016). *The oil palm* (Fifth edit). Wiley Blackwell.

Gonzalez–Díaz, A., Garcia–Nunez, J. A., & Duenas–Solarte, J. (2019). Índice de yodo: un parámetro determinante para establecer el nivel de mezcla entre aceites de palma crudos (APC) provenientes de cultivares DXP e híbridos OxG – “CxL” (0123-8353 Índice).

Gonzalez-Díaz, A., Pataquiva-Mateus, A., & García-Núñez, J. A. (2021a). Characterization and response surface optimization driven ultrasonic nanoemulsification of oil with high phytonutrient concentration recovered from palm oil biodiesel distillation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 612. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125961>

Gonzalez-Díaz, A., Pataquiva-Mateus, A., & García-Núñez, J. A. (2021b). Recovery of palm phytonutrients as a potential market for the by-products generated by palm oil mills and refineries–A review. In *Food Bioscience* (Vol. 41). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2021.100916>

Grasas y Aceites Vegetales y Animales. Determinación Del Índice de Acidez y de La Acidez, 17 (2011).

Khalid, M., Saeed-ur-Rahman, Bilal, M., Iqbal, H. M. N., & Huang, D. (2019). Biosynthesis and biomedical perspectives of carotenoids with special reference to human health-related applications. *Biocatalysis and Agricultural Biotechnology*, 17, 399–407. <https://doi.org/10.1016/j.bcab.2018.11.027>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, 10, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Mora, O. L., & Baracaldo, C. (2004). Efecto del aceite de palma crudo sobre la vitamina A y el perfil lipídico en preescolares colombianos Effect of the Crude / Red Palm Oil , on Vitamin A and Lipid Levels in Colombian Preschool Children. 25(1), 245–252.

Mozzon, M., Foligni, R., & Tylewicz, U. (2018). Chemical characteristics and nutritional properties of hybrid palm oils. In *Palm Oil* (pp. 149–170). IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.75421>

Mozzon, M., Pacetti, D., Frega, N. G., & Lucci, P. (2015). Crude palm oil from interspecific hybrid *Elaeis oleifera* × *E. guineensis*: Alcoholic constituents of unsaponifiable matter. *JAACS, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 92(5), 717–724. <https://doi.org/10.1007/s11746-015-2628-1>

Mozzon, M., Pacetti, D., Lucci, P., Balzano, M., & Frega, N. G. (2013). Crude palm oil from interspecific hybrid *Elaeis oleifera* × *Elaeis guineensis*: Fatty acid regiodistribution and molecular species of glycerides. *Food Chemistry*, 141(1), 245–252. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2013.03.016>

Official Methods and Recommended practices of AOCS, 7th Ed (2017).

Piedrahita Correa, A. M. (2015). Estabilidad oxidativa y vida útil del aceite de choibá (*Dipteryx oleifera* benth) suplementado con extracto de romero (*Rosmarinus officinalis* L.). Universidad Nacional de Colombia.

Rada-Bula, A., Iqbal-Sandoval, M., Gonzalez- Diaz, A., Mondragón-Serna, A., Baena-Santa, M. A., Garcia-Nunez, J., Fontalvo, J., & Díaz-Moreno, C. (2024). Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (*E. oleiferaxE. guineensis*). *Food Packaging and Shelf Life*, 42, 101240.

Rada-Bula, García-Nuñez, J. A., Muvdi-Nova, C. J., & Díaz-Moreno, C. (2023). Membrane technologies in the oil industry and their potential application for the recovery of phytonutrients from palm oil. *Journal of Oil Palm Research*, 35(2), 217–235. <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069>

Raederstorff, D., Wyss, A., Calder, P. C., Weber, P., & Eggersdorfer, M. (2015). Vitamin E function and requirements in relation to PUFA. In *British Journal of Nutrition* (Vol. 114, Issue 8, pp. 1113–1122). Cambridge University Press. <https://doi.org/10.1017/S000711451500272X>

Rincón Miranda, S. M., & Martínez Cárdenas, D. M. (2009). An Analysis of the Properties of Oil Palm in the Development of the its Industry. *Revista Palmas*, 30(2), 11–24.

Rincón, S. M., Hormaza, P. A., Moreno, L. P., Prada, F., Portillo, D. J., García, J. A., & Romero, H. M. (2013). Use of phenological stages of the fruits and physicochemical characteristics of the oil to determine the optimal harvest time of oil palm interspecific OxG hybrid fruits. *Industrial Crops and Products*, 49, 204–210. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2013.04.035>

Rincón, S., & Martinez, D. (2009). Análisis de las propiedades del aceite de palma en el desarrollo de su industria. *Revista Palmas*, 30(2), 11–24.

Rodriguez-Amaya, D., & Kimura, M. (2004). HarvestPlus Handbook for Carotenoids Analysis. In *Transportation Research Record: Journal of the Transportation Research Board. Breeding Crops for Better Nutrition*. <https://doi.org/10.3141/2068-08>

Romero-Angulo, H. M. (2023). Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite (H. M. Romero-Angulo, Ed.; Vol. 1). Corporación Centro de Investigación en Palma de Aceite, Cenipalma.

Saini, R. K., & Keum, Y. S. (2016). Tocopherols and tocotrienols in plants and their products: A review on methods of extraction, chromatographic separation, and detection. *Food Research International*, 82, 59–70. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2016.01.025>

Saini, R. K., Nile, S. H., & Park, S. W. (2015). Carotenoids from fruits and vegetables: Chemistry, analysis, occurrence, bioavailability and biological activities. *Food Research International*, 76, 735–750. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2015.07.047>

Stahl, W., & Sies, H. (2005). Bioactivity and protective effects of natural carotenoids. *Biochimica et Biophysica Acta - Molecular Basis of Disease*, 1740, 101–107. <https://doi.org/10.1016/j.bbadis.2004.12.006>

Stuijvenberg, M. E. Van, Dhansay, M. A., Lombard, C. J., Faber, M., & Benade, A. J. S. (2001). The effect of a biscuit with red palm oil as a source of b -carotene on the vitamin A status of primary school children : a comparison with b -carotene from a synthetic source in a randomised controlled trial. *European Journal of Clinica Nutrition*, 55, 657–662. <https://doi.org/10.1038/sj.ejcn.1601196>

Sundram, K., Sambanthamurthi, R., & Tan, Y. (2003). Palm fruit chemistry and nutrition. *Asia Pacific Journal Clinic Nutrition*, 12(3), 355–362.

Tan, Y. A., Ainic, K., Slew, W. L., Mohtar, Y., & Chong, C. L. (2000). Estudio del PORIM sobre el aceite de palma crudo -97/98. Características de calidad e identidad. *Revista Palmas*, 21(4), 39–56.

Urueta, J. C. (2007). Implementación del DOBI como parámetro de calidad en extractoras de aceite de palma. *Revista Palmas*, 28(1), 143–148. <https://publicaciones.fedepalma.org/index.php/palmas/article/viewFile/1301/1301>

3. Estudio de las condiciones de ultrafiltración para la valorización de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles del aceite crudo de palma del cruce interespecífico O×G

En este tercer capítulo se presenta la metodología para la determinación de las condiciones de ultrafiltración del aceite de palma crudo O×G, el cual, para efectos de esta investigación será denominado APC. Para este capítulo se realizó la evaluación del flux de permeado ensayando membranas poliméricas comerciales de ultrafiltración donde se evaluaron los parámetros de ensuciamiento y se realizaron los análisis fisicoquímicos en las dos corrientes del sistema: alimento (que consiste en APC) y en el permeado de ultrafiltración, que denominaremos de aquí en adelante como UF. Así mismo, se presenta el estudio de estabilidad del APC a las temperaturas de ultrafiltración con la finalidad de tener un criterio adicional para la selección de las condiciones de proceso, resultados que fueron tomados del artículo “*Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (E. oleifera×E. guineensis)*”, *Food Packaging and Shelf Life*, 2024. Vol 42,101240, ISSN 2214-2894, <https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2024.101240> que corresponde a un producto de divulgación de esta investigación.

3.1 Resumen

Se realizó la evaluación del proceso de ultrafiltración en aceite crudo de palma del híbrido interespecífico O×G (APC). Para ello, se empleó un sistema de filtración tipo *Dead End* empleando dos membranas poliméricas comerciales de materiales: polietersulfona (PES) y fluoruro de polivinilideno (PVDF), de 150 kDa. Se empleó APC como alimento del sistema y se evaluaron los parámetros de desempeño de las membranas a través de un diseño central compuesto de dos factores: presión transmembranaria (PTM): 375, 500, 875, 1125,

1250 kPa y temperatura: $35,9^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $40\pm 1^{\circ}\text{C}$, $50\pm 1^{\circ}\text{C}$, $60\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $64,1\pm 1^{\circ}\text{C}$. Bajo estas condiciones, se evaluaron los flux ($\text{kg}/\text{m}^2\cdot\text{h}$) para cada tratamiento. La recolección de los flujos de permeado fueron tomados cada 30 minutos durante 3,5 horas en cada ensayo. Para cada tratamiento se evaluaron los cuatro mecanismos de ensuciamiento de membrana de acuerdo con los modelos de Hermia (1982), para la determinación del modelo de mejor ajuste y se evaluó la concentración de α - y β - caroteno, α -; β -+ γ -; δ tocoferol y α -; β -+ γ -; δ tocotrienol en el alimento y en el permeado para cada tratamiento. Se evaluó paralelamente la estabilidad de estos compuestos en el APC a temperaturas empleadas durante la ultrafiltración: $40^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ y $60^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ evaluando α - y β - caroteno, α -; β -+ γ -; δ tocoferol y α -; β -+ γ -; δ tocotrienol cada 7 días durante 35 días. Una vez conocidos estos parámetros, se realizaron determinaciones de fósforo por método espectrofotométrico (AOCS Ca 12 – 55) en los puntos extremos y central del diseño para evidenciar los coeficientes de retención de fosfátidos de estos tratamientos y se seleccionó el tratamiento más adecuado de ultrafiltración de APC cuyo permeado mantuviera la concentración inicial de los fitonutrientes (carotenoides, Tocs y T3s) y retenciones adecuadas de fosfátidos como mecanismo de desgomado físico del aceite. A este tratamiento se le realizó un análisis de perfil de ácidos grasos en las dos corrientes. Los resultados evidenciaron que la membrana de PVDF presentó permaciones más altas que la membrana de PES. Los fluxes para ambos materiales de membrana fueron altos y posteriormente presentaron una estabilización luego de una hora de ultrafiltración. Adicionalmente, predominaron los modelos de bloqueo estándar y formación de torta en ambos materiales de membrana. Con relación a los α - y β - caroteno y α -; β -+ γ -; δ tocoferol y α -; β -+ γ -; δ tocotrienol, se evidenció que no existen diferencias significativas con relación a la concentración de cada uno de estos isómeros en la corriente de alimentación y en el permeado posterior a la etapa de ultrafiltración. Los resultados del estudio de estabilidad mostraron que a partir $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ hay diferencias significativas ($p<0,05$) con relación a la concentración de los fitonutrientes en el tiempo. Asimismo, los resultados de determinación de fosfátidos mostraron diferencias significativas ($p<0,05$) en los resultados presentados en el APC con respecto a su permeado de ultrafiltración siendo la membrana de PVDF la que posee mayores coeficientes de retención (hasta del 90%). De este estudio se concluye que la condición de 50°C y 875 kPa empleando una membrana de PVDF resulta adecuada para la retención de fosfátidos, así como para la conservación de los carotenoides, Tocs y T3s en el permeado.

Palabras claves: Aceite crudo de palma, Carotenoides, Desgomado, Fosfátidos, Tocoferoles, Tocotrienoles, Ultrafiltración.

3.2 Materiales y Métodos

3.2.1 Materiales

Para este objetivo, considerando que la muestra H1 analizada en el capítulo anterior presentó una mayor concentración de carotenoides, Tocs y T3s, se realizó un segundo muestreo de aceite crudo de híbrido CoarixLa Mé en la planta de beneficio Guaicaramo S.A.S. ubicada en Barranca de Upía – Meta.

La toma de la muestra fue realizada de acuerdo con González-Díaz et al., (2021), con modificaciones. La muestra empleada para esta fase de la experimentación fue tomada en el punto final de la línea de producción de aceite de palma justo antes de su paso a los tanques de almacenamiento (Rada–Bula et al., 2024). En este punto, la muestra fue recogida tomando submuestras de 2.5 L de este aceite crudo fresco cada hora durante 8 horas en total. Estas submuestras fueron homogeneizadas como una muestra compuesta y almacenadas en botellas de ámbar sin ningún tratamiento o procesamiento previo. Las muestras fueron conservadas en condiciones de refrigeración ($4^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$) hasta realizados los ensayos de ultrafiltración (Rada–Bula et al., 2024).

3.2.2 Diseño y fabricación de un sistema de filtración tipo *Dead End*.

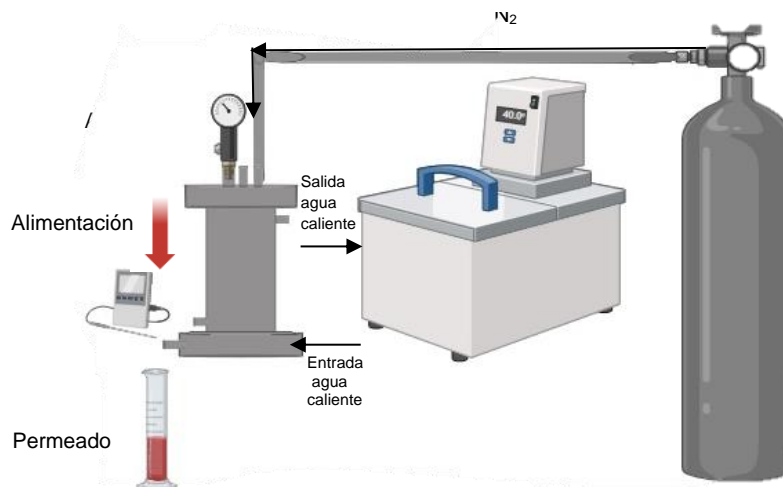
Se realizó el diseño y fabricación de un prototipo de sistema de membranas tipo *Dead End* el cual se estandarizó en el Laboratorio de Intensificación de Procesos y Sistemas Híbridos de la Universidad Nacional de Colombia-sede Manizales considerando condiciones de presión y temperaturas para esta experimentación, en este caso, el diseño fue considerando un rango de presiones entre 375 y 1250 kPa y rangos de temperaturas entre $35,9\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $64,1\pm 1^{\circ}\text{C}$ (de acuerdo con el diseño experimental descrito más adelante en el numeral 3.2.4). Estas condiciones de temperatura fueron seleccionadas considerando el

punto de fusión teórico del aceite crudo (33°C-45°C) (Mba et al., 2015b) y la resistencia térmica de las membranas, de acuerdo con las fichas técnicas (Tabla 3-1).

3.2.3 Montaje del sistema de filtración y ensayos de ultrafiltración

Para el montaje del sistema, se conectó el equipo de filtración a un cilindro gas nitrógeno comprimido 5.0 (Linde, Colombia) para suministrar la presión del sistema a través de un regulador de alta presión y manguera de acero inoxidable (Messer T2-10a-X2CrNiMo17-12-2-DN6-PN250). Adicionalmente se conectó un baño termostático (Lauda™ Alfa) para controlar la temperatura del sistema (Figura 3-2).

Figura 3-1 Esquema del sistema de ultrafiltración tipo *Dead End*.



3.2.4 Ensayos de ultrafiltración

Para las experimentaciones de ultrafiltración se emplearon dos materiales de membranas poliméricas comerciales de hoja: polietersulfona (PES) y de fluoruro de polivinileno (PVDF) Microdyn Nadir adquiridas en Sterlitech Corporation (Auburn, WA, USA). Las características de cada una de las membranas se describen en la Tabla 3-1.

Tabla 3-1. Características de las membranas empleadas en los ensayos de ultrafiltración.

Características	Materiales	
	PES	PVDF
MWCO	150 kDa	150 kDa
Referencia comercial	UP 150	UV 150
pH	0 - 14	2 - 11
Fabricante	Microdyn Nadir	Microdyn Nadir
Temperatura máxima	95°C	95°C
Flux (GFP/psi)	336/29	336/29
Área de la membrana	0,030 m ²	0,030 m ²

▪ **Parámetros de desempeño de la membrana:**

○ **Toma de muestra de determinación de flux**

Para cada una de las membranas, se realizó la toma de muestra de permeado en probetas cada 30 minutos durante 3,5 horas para cada una de las membranas. Para cada experimentación, se empleó una membrana de hoja nueva de 0,030 m² de área. Para ambos casos, los fluxes fueron determinados como lo indica la Ecuación 3-1.

$$J = F_p/A \quad (3-1)$$

Donde, F_p corresponde al flujo másico (kg/h) recolectado en la probeta a través del área de membrana (A) (0,030 m²) (Baker, 2012; Baker, 2004b; Belfort et al., 1994b; Chew et al., 2020b; de Morais Coutinho et al., 2009b; Doran, 2013b; Rada-Bula et al., 2023).

○ **Determinación del mecanismo de ensuciamiento**

Para este caso, se estudiaron cuatro modelos de Hermia, (1982) para determinar el tipo de ensuciamiento de la membrana para cada tratamiento planteado.

Tabla 3-2. Ecuaciones de linealización de los modelos de ensuciamiento basado en el modelo de Hermia

Tipo de ensuciamiento	Modelo	
Formación de torta (n=0)	$1/J^2 = 1/J_0^2 + k_{ft}t$	(3-2)
Bloqueo estándar (n=1.5)	$1/J^{1/2} = 1/J_0^{1/2} + k_{bet}$	(3-3)
Bloqueo Intermedio (n=1)	$1/J = 1/J_0 + k_{bit}$	(3-4)
Bloqueo completo (n=2)	$\ln J = \ln J_0 - k_{bct}$	(3-5)

Donde, $k_{ft}, k_{be}, k_{bi}, k_{bc}$ corresponden a las constantes de formación de torta (h/m^2), bloqueo estándar ($\text{h}^{-1/2} \text{ m}^{-1/2}$), bloqueo intermedio (m^{-1}) y bloqueo completo (h^{-1}), respectivamente (Aryanti et al., 2020).

- **Análisis fisicoquímicos**

- **Determinación de viscosidad**

Se determinó la viscosidad del APC (OxG) al inicio de la experimentación con un viscosímetro Termo Scientific 550, en donde se midió la viscosidad dinámica del APC a temperaturas de: $35,9^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$; $40^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$, $50^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$, $60^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$. La viscosidad corresponde a la pendiente del cizallamiento (γ) en función del esfuerzo cortante (τ) (ecuación 3-6).

$$\eta = \frac{\tau}{\gamma} \quad (3-6)$$

- **Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.**

Se realizó la determinación de α - β -carotenos, α -, β -, γ -, δ - tocoferoles y α -, β -, γ -, δ -tocotrienoles tanto en la alimentación como en el permeado del sistema. La metodología para esta determinación es la descrita en el Capítulo 2, numeral 2.2.2.

- **Determinación de fósforo**

Se realizó la determinación de acuerdo con lo sugerido por la AOCS Ca 12 – 55. Se realizó la calcinación de $3,00 \text{ g}\pm 0,05 \text{ g}$ de muestra de APC y UF en presencia de óxido de zinc (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA), posteriormente se realizó la adición de sulfato de hidracina y molibdato de sodio (Merck, Sigma-Aldrich, St. Louis, MO, USA) para la formación de un complejo ácido fosfomolibdico, el cual por método espectrofotómetro se realizó la determinación de la absorbancia a 650 nm. A través de la ecuación 3-7 se calculó del contenido de fósforo y a través de la ecuación 3-8 el equivalente de fosfátido.

$$\text{Fósforo (\%)} = \frac{10 (A-B)}{W \times V} \quad (3-7)$$

Donde:

A=contenido de fósforo en la alícuota (mg).

B= contenido de fósforo en el blanco (mg).

W= masa de la muestra (g)

V= volumen de la alícuota de muestra (mL)

$$\text{Equivalente de fosfátidos (\%)} = (\%) \text{fósforo} \times 30 \quad (3 - 8)$$

3.2.5 Perfil de ácidos grasos

Se realizó la determinación de perfil de ácidos grasos tanto en la alimentación como en el permeado del sistema. La metodología para esta determinación es la descrita en el Capítulo 2, numeral 2.3.3.

3.2.6 Diseño Experimental

Se realizó un diseño central compuesto 2² estrella, ortogonal y rotatable (Tabla 3-4). Se evaluaron dos factores: presión transmembranal: 375, 500, 875, 1125, 1250 kPa y temperatura: 35,9°C±1°C, 40±1°C, 50±1°C, 60±1°C y 64,1±1°C obteniéndose en total 16 experimentos para cada membrana evaluada: PVDF y PES.

Tabla 3-3. Diseño experimental

N° de experimento	Temperatura (°C)	Presión (kPa)
1	50	875
2	50	375
3	50	875
4	40	500
5	50	875
6	50	1250
7	50	875
8	50	875
9	50	875
10	40	1125
11	50	875
12	35,9	875
13	60	500
14	64,1	875
15	60	1125
16	50	875

Para poder tener facilidad en la identificación de los tratamientos, se empleó la siguiente nomenclatura para cada una de las condiciones.

Tabla 3-4. Nomenclatura de los diferentes tratamientos evaluados para estudiar el fenómeno de ensuciamiento de las membranas.

Nomenclatura	Temperatura (°C)	PTM (kPa)
T1	50	375
T2	40	500
T3	39,5	875
T4	50	875
T5	64,1	875
T6	40	1125
T7	60	1125
T8	50	1250

3.2.7 Determinación de la estabilidad del aceite crudo de palma (O×G)

▪ Toma de muestra

Se realizó la toma de muestra de acuerdo con lo descrito en el numeral 3.2.1.

▪ Cinética de degradación

Se almacenó la muestra de APC en frascos color ámbar de 30 mL, con un espacio de cabeza inferior al 5% del volumen del frasco en tres condiciones de temperatura en una cámara de condiciones controladas de temperatura: $40 \pm 1^\circ\text{C}$, $50 \pm 1^\circ\text{C}$ y $60^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ (Rada-Bula et al., 2024). Se realizó la determinación de análisis fisicoquímicos cada 7 días hasta completar 35 días de almacenamiento (Rada-Bula et al., 2024).

▪ Análisis de datos

El análisis de los datos se realizó determinando el orden de reacción para cada uno de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles analizados basados en la metodología reportada por Jun et al., (2020); Rada-Bula et al., (2024). Para orden de reacción orden cero y orden uno se emplearon las ecuaciones 3-9 y Ec. 3-10, respectivamente (Rada-Bula et al., 2024).

$$Y = Y_i - kt \text{ (Ec. 3-9)}$$

$$Y = Y_i \exp(-kt) \text{ (Ec 3.10.)}$$

Donde Y corresponde a la variable de respuesta, es decir, la concentración (mg/kg) del isómero evaluado, Y_i la concentración inicial o en el tiempo cero de almacenamiento, k la constante de degradación y t el tiempo de almacenamiento (Rada-Bula et al., 2024).

Para determinar la cinética de degradación de cada compuesto con respecto a la temperatura, se empleó la ecuación de Arrhenius (Ecuación 3-11)(de Almeida et al., 2021; Jun et al., 2020; Rada-Bula et al., 2024) y a través de un modelo de regresión no lineal se redujo la desviación relativa promedio (Average Absolute Relative Deviation (AARD %)) calculando la distancia entre los datos reales con relación a los ajustados (Ecuación 3-12) (Jun et al., 2020) el cual se realizó a través de la función Solver de Excel® 2016 (Rada-Bula et al., 2024).

$$\ln k = \ln A - (E_a/RT) \quad (3-11)$$

Donde, k corresponde a la constante de reacción (días⁻¹); E_a a la energía de activación (kJ mol⁻¹), A el factor pre-exponencial (día⁻¹), R a la constante universal de gases (J mol⁻¹ K⁻¹) y T a la temperatura absoluta (K) (Rada-Bula et al., 2024).

$$AARD(\%) = \frac{100}{n} \sum |(Y_{cal} - Y_{exp})/Y_{exp}| \quad (3-12)$$

Donde Y_{cal} y Y_{exp} corresponden a las concentraciones de cada compuesto, calculadas y experimentales, respectivamente y n el número de datos experimentales (Rada-Bula et al., 2024).

- **Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.**

Se realizó la determinación de α - β -carotenos, α -, β -, γ -, δ - tocoferoles y α -, β -, γ -, δ -tocotrienoles tanto en la alimentación como en el permeado del sistema. La metodología para esta determinación es la descrita en numeral 3.2.1. en el apartado de análisis fisicoquímicos.

- **Determinación de índice de peróxidos**

Se realizó la determinación de índice de peróxidos de acuerdo con la metodología descrita en el numeral 2.2.2. *Análisis fisicoquímicos* del Capítulo 2.

- **Determinación de índice de ácidos grasos libres (AGL)**

Esta determinación se realizó de acuerdo con la metodología descrita en el numeral 2.2.2. *Análisis fisicoquímicos* del Capítulo 2.

▪ **Determinación de *p*-anisidina**

Se realizó la determinación de acuerdo con la Norma ISO 6885-2016. El preparativo de las muestras se realizó pesando 0,4 g de muestra y llevando a volumen de 25 mL con isooctano. Se prepararon dos tubos de ensayo con 5 mL de muestra, adicionando 1 mL de *p*-anisidina y 1 mL de ácido acético respectivamente para cada tubo y un último tubo de ensayo con la adición de 5 mL de isooctano y 1 mL de *p*-anisidina (Rada-Bula et al., 2024).

Se realizó la lectura por espectrofotometría a una longitud de onda de 350 nm.

El valor de *p*-anisidina se determina a través de la siguiente ecuación (Rada-Bula et al., 2024):

$$AV = \frac{100QV}{m} [1,2(A_1 - A_2 - A_0)] \quad (3-13)$$

Donde:

A_1 = 5 mL de muestra de aceite y 1 mL de solución de *p*-anisidina (dilución con reacción).

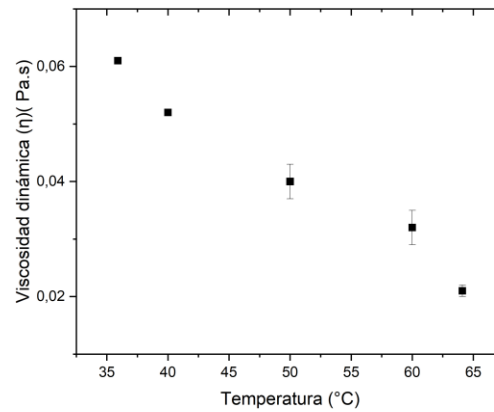
A_2 = 5 mL de isooctano y 1 mL de solución de *p*-anisidina (blanco)

A_0 = 5 mL de muestra de aceite y 1 mL de ácido acético (dilución sin reacción) (Rada-Bula et al., 2024)

3.3 Resultados y discusión

3.3.1 Parámetros de desempeño del proceso de ultrafiltración

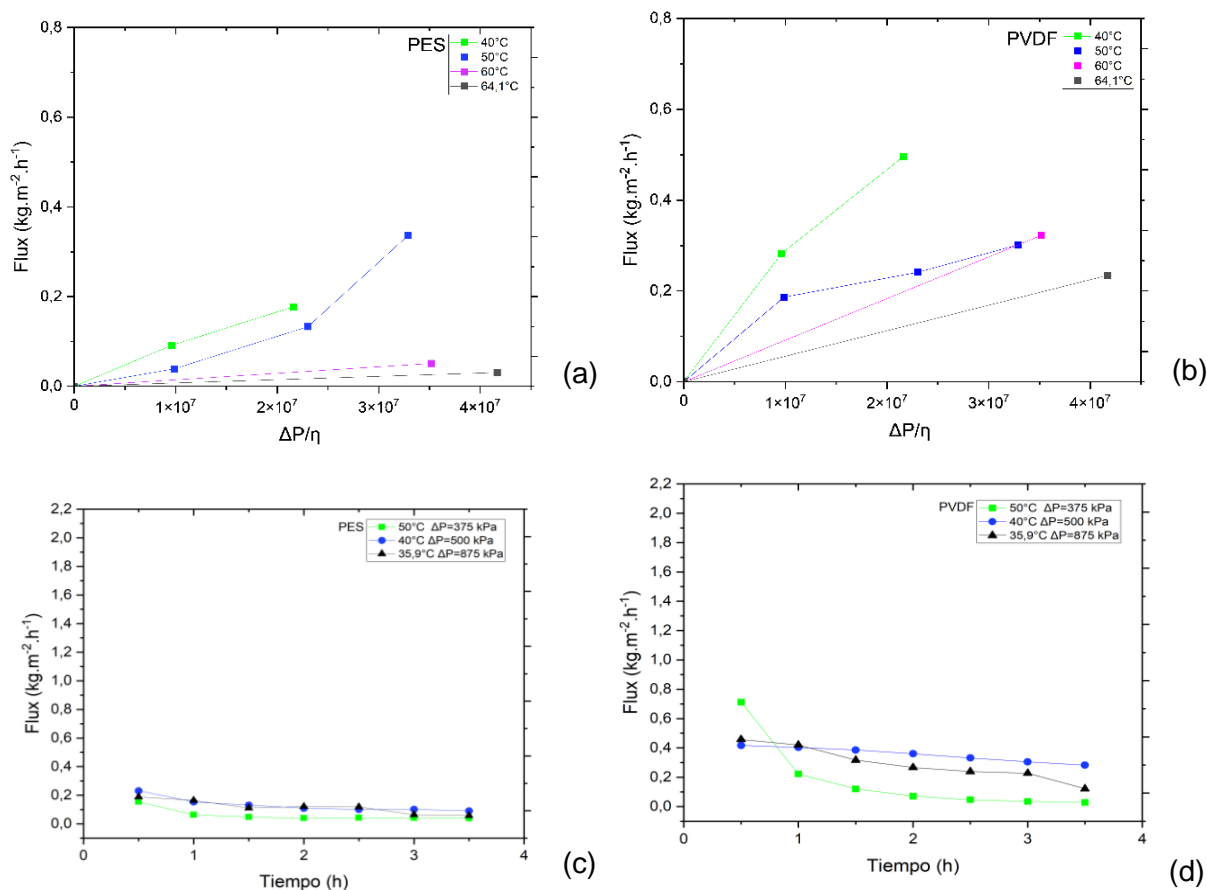
La viscosidad dinámica disminuye al aumentar la temperatura como se presenta en la Figura 3-2. La viscosidad afecta la permeación del APC a través de la membrana en los diferentes tratamientos a las temperaturas de trabajo. Así, el flux medido sigue el comportamiento descrito por los modelos de Hermia, donde el flux final es directamente proporcional a la presión y temperatura aplicada sobre el fluido (Marchese et al., 2000).

Figura 3-2. Viscosidad dinámica (η) para cada temperatura ensayada.

- **Determinación de flux final en el proceso de ultrafiltración**

La determinación del flux permite tener una idea de la viabilidad económica de los procesos de separación a través de la ultrafiltración (Marchese et al., 2000). Dependiendo del tipo de membrana empleada, no solo considerando el material, pero la forma de la membrana, en este caso de hoja, tiene un efecto importante sobre los fenómenos que ocurren de interacción entre soluto y membrana. Esta interacción influye sobre el proceso de ensuciamiento de la membrana (Ko & Pellegrino, 1992; Marchese et al., 2000) y constituye uno de los factores limitantes del proceso de separación por ultrafiltración. La Figura 3-3 (a) y (b) muestra que al aumentar la temperatura disminuye el flux final. En esta figura se relacionan dos parámetros de permeación importantes en la relación $\Delta P/\eta$. Por un lado, al incrementarse la presión transmembranal se espera un aumento del flux, y por otro lado, al aumentar la viscosidad se espera una disminución del flux, en este sentido, el flux es directamente proporcional a la presión aplicada e inversamente proporcional a la viscosidad (Marchese et al., 2000).

Figura 3-3. Flux final de permeación vs relación presión transmembrana/viscosidad $\Delta P/\eta$ a diferentes temperaturas usando membrana de (a) PES (MWCO 150kDa); (b) PVDF (MWCO 150 kDa); (c) flux de permeación durante tiempo de 3,5 horas empleando membrana de PES a diferentes condiciones de ΔP y temperatura. (d) flux de permeación durante tiempo de 3,5 horas empleando membrana de PVDF a diferentes condiciones de ΔP y temperatura.



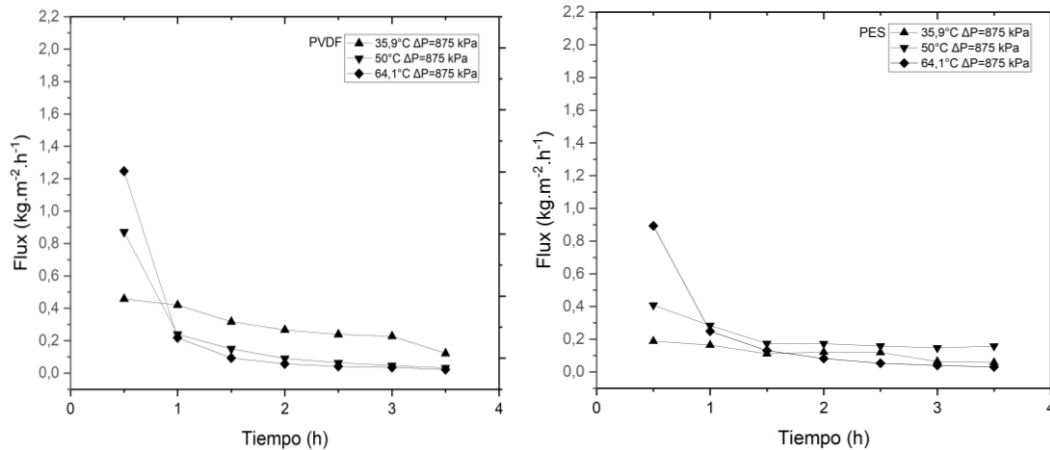
Adicionalmente en la Figura 3-4 (a) y (b) se observa el efecto del material empleado sobre el flux de permeación. La membrana de PES presenta en general fluxes finales más bajos que los reportados para la membrana de PVDF (Figura 3-3 (a) (b)) debido a que el material PVDF tiene un carácter altamente hidrofóbico con respecto al PES (Van Der Bruggen, 2009; Zhao et al., 2013). La membrana de polietersulfona (PES) tiene presencia de grupos éter (C-O-C) y sulfona (S(=O)₂) en su estructura molecular que le otorga una polaridad significativamente alta. Estos grupos altamente polares hacen que el PES sea capaz de interactuar bien con moléculas polares y tenga una buena solubilidad en algunos disolventes orgánicos polares (da Nóbrega Medeiros, 2016). Por otro lado, el PVDF es un fluoropolímero parcialmente cristalino que usualmente contiene 54%p/p flúor y 3%p/p

hidrogeno presentando repetidas unidades de $-\text{CH}_2\text{-C}_2-$, el cual le otorga una polaridad moderada debido a la presencia de flúor en su estructura. Los átomos de flúor son altamente electronegativos, lo que contribuye a la polaridad del material (Liu et al., 2011). Sin embargo, su estructura no es tan polar como otros polímeros que contienen grupos funcionales más polares como oxígeno, nitrógeno o grupos sulfona (Miranda et al., 2021). Consecuentemente, las membranas de PES son más hidrofílicas y polares que sus contrapartes en PVDF presentando mayor resistencia a la permeación de una matriz relativamente apolar como el APC (Mohammad et al., 2018). Este comportamiento se ve reflejado en la figura 3-3 (c) y (d) donde se observa que la permeabilidad con la membrana de PES se mantiene comparativamente baja para todo el intervalo de tiempo evaluado. También se evidencian adicionalmente que, bajo las mismas condiciones de presión y temperatura, los Flux iniciales de la membrana de PES son más bajos que los encontrados para la membrana de PVDF.

- **Efecto de la temperatura sobre el flux de permeación**

Siendo más detallados, tanto para las membranas de PVDF como de PES se evidencia un efecto de la temperatura sobre los flux de permeación en el tiempo (Figura 3-4). El flux decae en la medida en la que se emplee temperaturas bajas, sin embargo, para el caso de emplear una temperatura alta, es decir, $64,1^\circ\text{C}$, el flux decae drásticamente, llevándolo a flux bajos, similares a los encontrados para temperaturas de $35,9^\circ\text{C}$. Esto se explica porque al incrementar la temperatura, la viscosidad disminuye y el flux a través de la membrana aumenta, sin embargo, un flux alto provoca la acumulación rápida de depósitos de macromoléculas presentes en el medio (Marchese et al., 2000), generando la constricción o bloqueo de los poros y por consiguiente, la reducción del flux. Por otro lado, al emplear temperaturas intermedias, como 50°C , muestran un flux inicial alto, sin embargo, posterior a 1,5 horas, el flux tiende a estabilizarse y mantenerse en un valor ligeramente más alto que el obtenido a temperaturas superiores como $64,1^\circ\text{C}$.

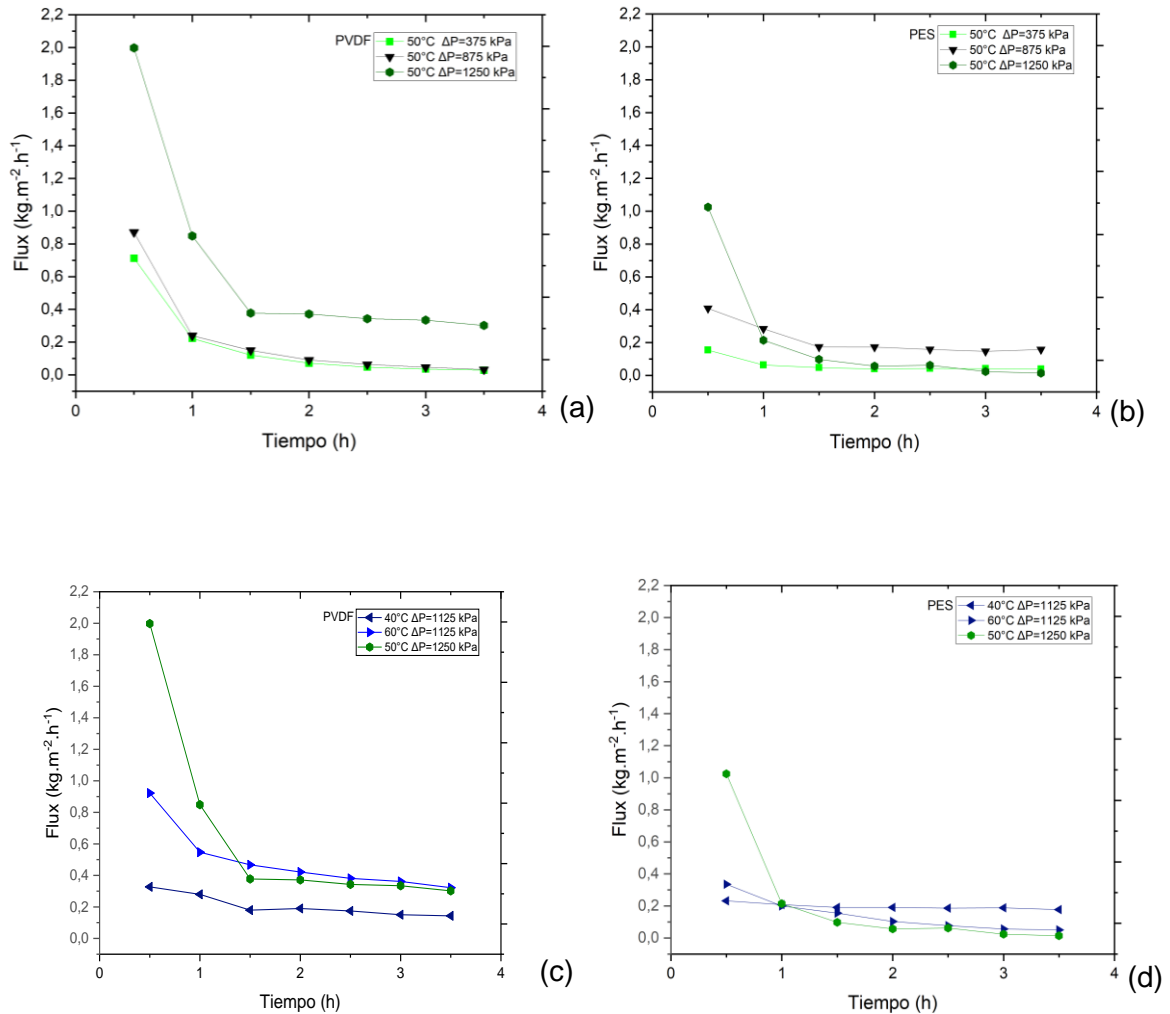
Figura 3-4. Efecto de la temperatura en el flux de permeación en función del tiempo empleando membrana de PVDF y PES (MWCO 150 kDa) a diferentes ΔP .



▪ **Efecto de la presión sobre el flux de permeación**

Durante el estudio se evidenció que la tasa de filtración disminuye debido a la reducción de la presión y por la resistencia causada por el ensuciamiento de la membrana (Ko & Pellegrino, 1992). En la Figuras 3-5 se observa el efecto de la presión en el proceso (375, 875 y 1250 kPa), manteniendo una sola condición de temperatura (50°C). Los resultados muestran que el flux inicial es más alto en la medida en la que se incrementa la temperatura. Sin embargo, para el caso de la mayor presión aplicada (1250 kPa), este flux disminuye, incluso por debajo de los registrados para 875 kPa, debido a que el aumento de la presión incrementa el flux, pero aumenta la velocidad de deposición sobre la superficie de la membrana. Para este caso, los resultados indican que una presión intermedia como 875 kPa sería adecuada, ya que el valor del flux se encuentra estable y por encima de los valores reportados para la presión de 375 kPa y de 1250 kPa (Figura 3-5).

Figura 3-5. Efecto de la presión en el flux de permeación en función del tiempo empleando membrana de PVDF y PES (MWCO 150 kDa) a diferentes ΔP .



3.3.2 Mecanismo de ensuciamiento

En la Figura 3-6 se observa los depósitos finales posteriores al proceso de ultrafiltración. Estos depósitos y el ensuciamiento interno de los poros de la membrana presentan un comportamiento que puede ser descrito por los modelos de Hermia. En las Figuras 3-7 y 3-8 se observan cada uno de los tratamientos de ultrafiltración (combinación de ΔP y temperatura) evaluados por cada uno de los 4 modelos. Los resultados muestran que los

valores más altos de R^2 corresponden al mecanismo de ensuciamiento de membrana más predominante para cada uno de los tratamientos. Para el caso de la membrana de PES, la temperatura y la ΔP tienen un efecto sobre el modelo de ensuciamiento de membrana, siendo para los casos de T5 (64,1°C y 875 kPa) y T7 (60°C y 1125 kPa), condiciones en las cuales los modelos de *bloqueo intermedio* y *bloqueo completo* los que explican el 99,78%; 97,13% y el 97,52%, respectivamente de la variabilidad del flux en los ensayos realizados (Tabla 3-5). A estas condiciones, el flux disminuye dramáticamente comparado con las condiciones evaluadas de menor presión y temperatura, donde la velocidad de ensuciamiento de la membrana es menor y por consiguiente, hay mayores valores de flux durante el tiempo total del ensayo (3,5 horas) (Figuras 3-5 y 3-6).

Por otro lado, a condiciones de T7 (60°C y 1125 kPa) el modelo de *formación de torta*, se ajusta mejor a los datos de flux obtenidos para la membrana de PVDF, es decir, que moléculas del tamaño igual o superior presentes en el APC tienden a depositarse y acumularse sobre la superficie de la membrana. Este comportamiento se podría explicar debido a que la membrana de PVDF es altamente hidrofóbica, permite que compuestos de alto peso molecular, como los fosfolípidos se retengan sobre la superficie de la membrana formando una torta, es decir, que la estructura apolar de la molécula de fosfolípido es retenida en las paredes de la membrana por su afinidad apolar.

Para este caso, además de la formación de la torta, en algunos tratamientos donde las partículas que son más pequeñas que el tamaño del poro de la membrana logran pasar a través de ellas y depositarse en sus paredes realizando una constricción de los poros y una reducción del flux como un bloqueo estándar en donde el 99,42% de este modelo explica la variabilidad del flux bajo estas condiciones de ensayo (Ariono et al., 2018b).

Figura 3-6. Formación de torta en membrana de (a) PVDF y (b) PES.

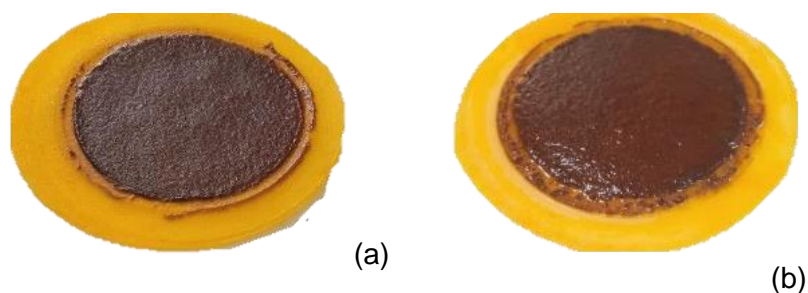


Figura 3-7. Ajuste de los flux obtenidos a través de los diferentes tratamientos (T1, T2, T3, T4, T5, T6, T7 y T8) empleando membrana de PES (MWCO 150 kDa), a través de los modelos de ensuciamiento de membrana (a) formación de torta (b) bloqueo estándar (c) bloqueo intermedio (d) bloqueo completo. Las líneas representan los datos predichos a través de regresión lineal.

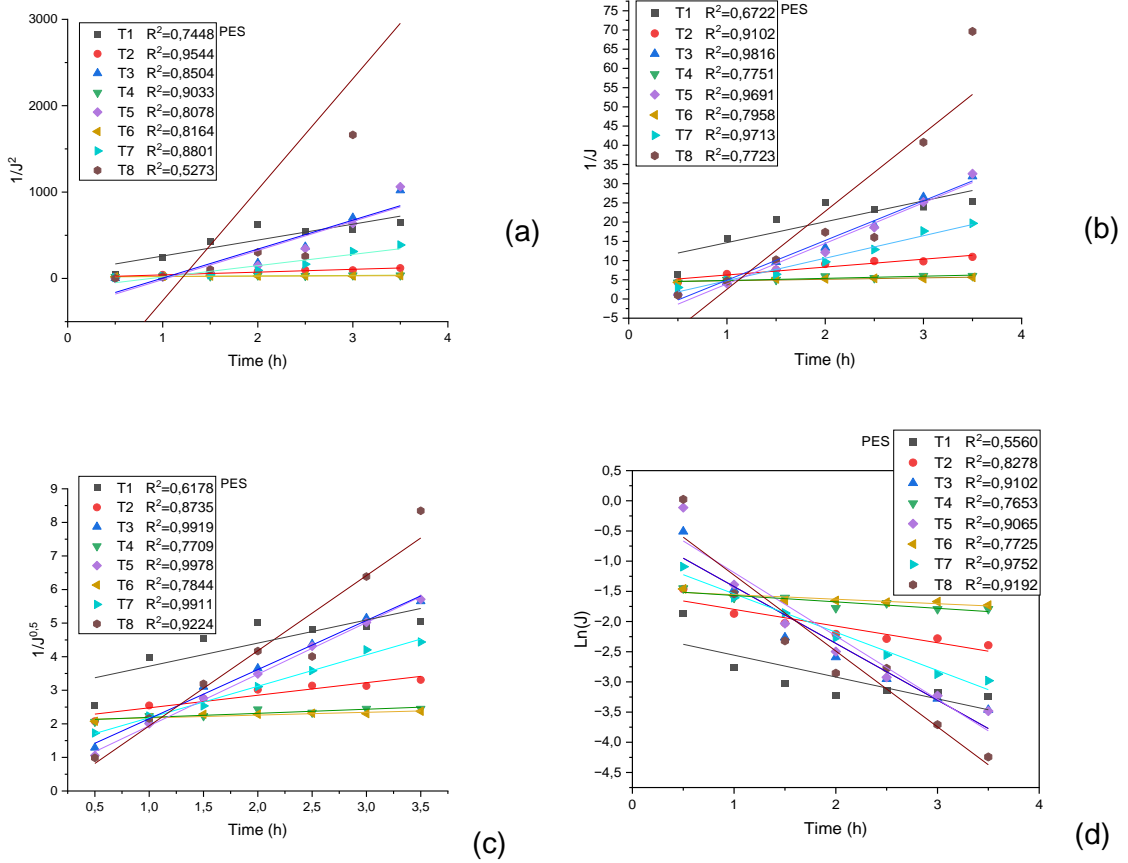


Figura 3-8. Ajuste de los flux obtenidos a través de los diferentes tratamientos (T1, T2, T3, T4, T5, T6, T7 y T8) empleando membrana de PVDF (MWCO 150 kDa), a través de los modelos de ensuciamiento de membrana (a) formación de torta (b) bloqueo estándar (c) bloqueo intermedio (d) bloqueo completo. Las líneas representan los datos predichos a través de regresión lineal.

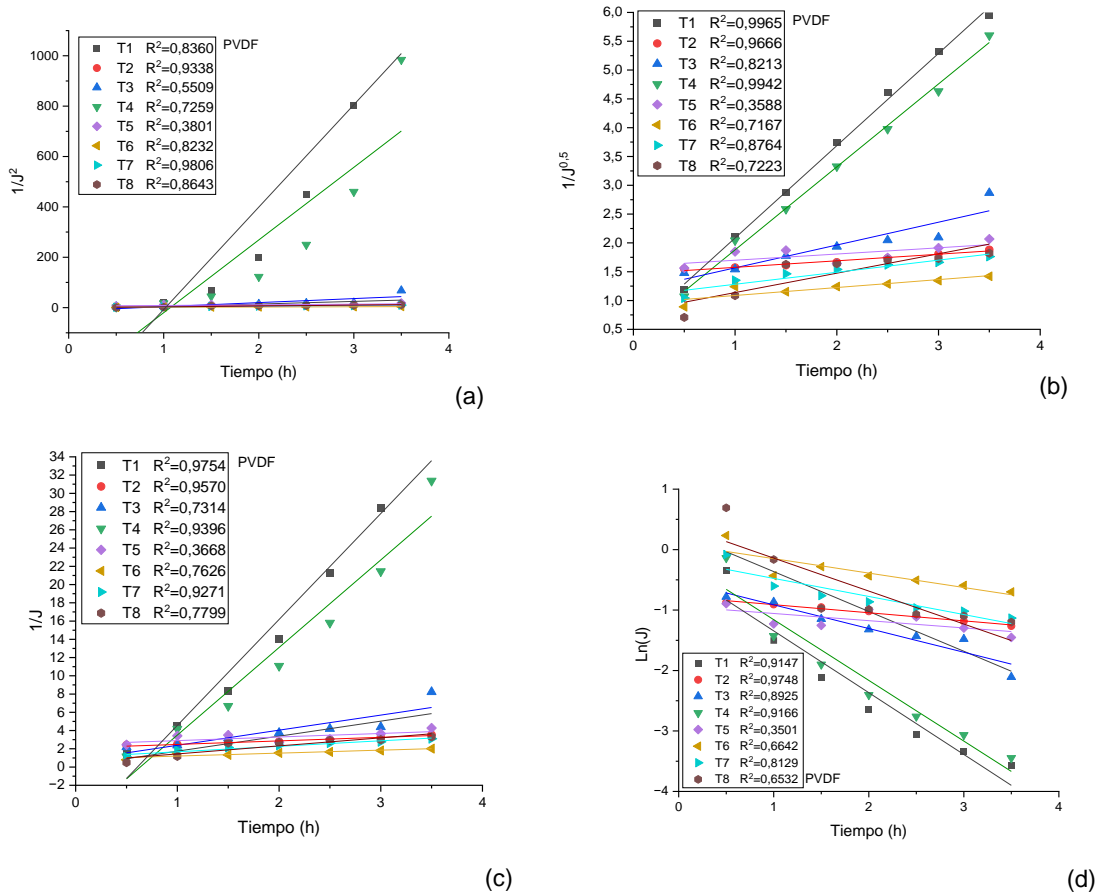


Tabla 3-5. Valores de R² obtenidos para cada modelo de Hermia

Tratamiento	PES				PVDF			
	Formación de torta	Bloqueo estándar	Bloqueo intermedio	Bloqueo completo	Formación de torta	Bloqueo estándar	Bloqueo intermedio	Bloqueo completo
T1	0,7448	0,6178	0,6722	0,5560	0,9784	0,9084	0,9629	0,8117
T2	0,9544	0,8735	0,9102	0,8278	0,9338	0,9666	0,9570	0,9748
T3	0,8754	0,9919	0,9816	0,9102	0,5509	0,8213	0,7314	0,8925
T4	0,7793	0,7709	0,7751	0,7653	0,7259	0,9942	0,9396	0,9166
T5	0,8078	0,9978	0,9691	0,9065	0,3801	0,3588	0,3668	0,3501
T6	0,8164	0,7844	0,7958	0,7725	0,8232	0,7167	0,7626	0,6642
T7	0,8801	0,9911	0,9713	0,9752	0,9806	0,8764	0,9271	0,8129
T8	0,5273	0,9224	0,7723	0,9030	0,8643	0,7223	0,7799	0,6532

Tabla 3-6. Valores de k obtenidos para cada modelo de Hermia.

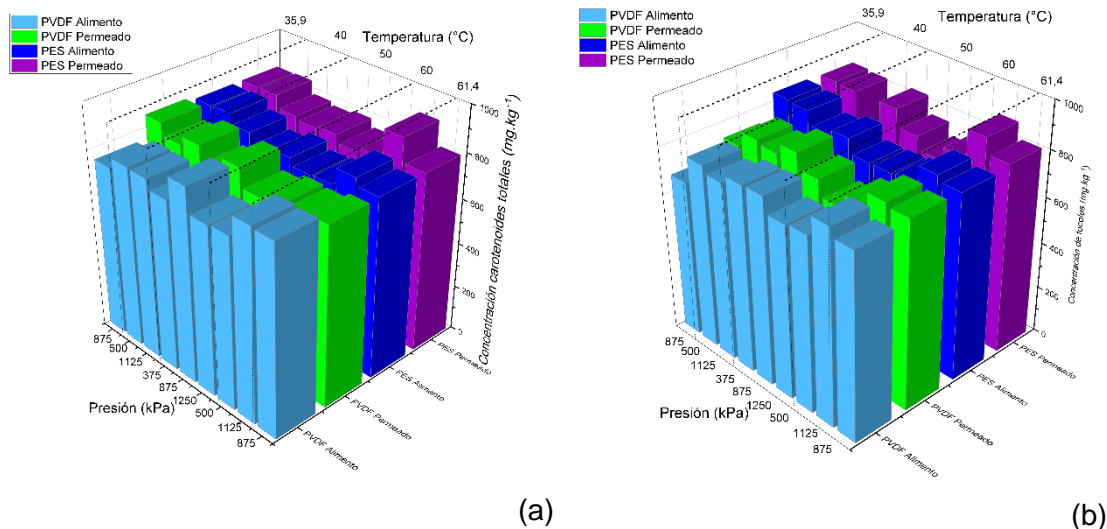
Tratamiento	PES				PVDF			
	k_{ft}	k_{be}	k_{bi}	k_{bc}	k_{ft}	k_{be}	k_{bi}	k_{bc}
T1	184,584	0,6879	5,4253	-0,3616	10,3922	0,5018	1,6443	-0,6588
T2	32,1859	0,3745	2,0548	-0,2770	2,2764	0,1138	0,3883	-0,1338
T3	335,0744	1,4628	10,3301	-0,9402	15,9803	0,3965	0,7253	-0,3922
T4	5,789	0,1212	0,5531	-0,1065	288,4232	1,4397	9,5962	-1,0041
T5	336,497	1,5388	10,5581	-1,0488	2,6595	0,1079	0,3932	-0,1192
T6	3,689	0,0827	0,3692	-0,0742	0,9334	0,1378	0,3237	-0,2387
T7	13337,315	0,9375	5,8516	-0,6349	2,5931	0,2100	0,6013	-0,2990
T8	1284,217	2,2382	20,2888	-1,2567	3,4887	0,336	0,8814	-0,5451

k_{ft} , k_{be} , k_{bi} , k_{bc} corresponden a las constantes de formación de torta (h/m^2), bloqueo estándar ($h^{-1/2} m^{-1/2}$), bloqueo intermedio (m^{-1}) y bloqueo completo (h^{-1}), respectivamente.

3.3.3 Concentración de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el alimento y permeado

Se evaluaron la concentración de α -y β - caroteno; α -, β + γ -, δ - tocoferol; α -, β + γ -, δ – tocotrienoles no variaron significativamente una vez la muestra de aceite crudo fue sometida al proceso de ultrafiltración. En la Figura 3-9 (a) y (b) se resumen las concentraciones de los fitonutrientes en el alimento y en el permeado. En este caso, carotenoides totales hace referencia a la sumatoria de α -y β - caroteno y tocoles a la sumatoria de los isómeros de Tocs y T3s . En el Anexo B se muestran detalladamente los valores de concentración de cada uno de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en la alimentación y en el permeado para cada condición de presión y temperatura evaluada. Los resultados evidencian que el proceso de ultrafiltración, empleado membrana de PVDF como de PES, no presentaron diferencias significativas en cuanto a la concentración de los fitonutrientes en la corriente de alimentación como en el permeado. Estos resultados estarán más relacionados al efecto que podría tener el MWCO de las membranas sobre el proceso de separación de compuestos de mayor peso molecular como fosfátidos, que al efecto del material de membrana usado.

Figura 3-9. Comportamiento de la concentración en el retenido y en el permeado de (a) carotenoides totales empleando membrana de PVDF y PES (150 kDa) (b) tocoles totales empleando membrana de PVDF y PES (150 kDa).



Los resultados obtenidos no presentaron diferencias significativas en los diferentes valores de concentración de cada fitonutriente para cada corriente del sistema.

3.3.4 Fósforo

Los resultados evidenciaron que con el proceso de ultrafiltración se retiene fosfolípidos presentes en la muestra. Las tablas 3-7, presenta el coeficiente de retención de estos compuestos empleando membranas de PVDF y de PES. En este caso, los fosfolípidos son moléculas anfipáticas (Badui, 2006). En las membranas de PES, que son más polares que las de PVDF, es posible que estas moléculas se puedan transportar más fácilmente debido a la presencia de los grupos fosfato que generan una mejor interacción con el material de la membrana (Van Der Bruggen, 2009; Zhao et al., 2013). También que las cadenas hidrofóbicas de los ácidos grasos que lo constituyen se alineen de forma organizada en membranas polares y faciliten su transporte a través de los poros. En membranas apolares, como lo es en este caso la membrana de PVDF, posiblemente las cadenas hidrofóbicas de los fosfolípidos no se organizan y su transporte podría ser más difícil, obteniéndose de esta manera más retención de estos compuestos. En la Tabla 3-7, se observa que en la medida en la que se incrementa la presión y la temperatura, hay mayores rechazos de fosfátidos con valores entre 52,16% y 91,29% en la membrana de PVDF, un

comportamiento contrario a lo encontrado empleando membrana de PES, donde el incremento de temperatura y presión lleva a rechazos más bajos entre 38,15% a 77,33%. Este comportamiento también ha sido reportado por Aryanti et al., (2018). Los resultados obtenidos para los permeados corresponden a porcentajes de fosfolípidos admisibles si se piensa en el proceso de refinación del aceite, en especial en el desgomado. De esta manera, estamos obteniendo permeados que conservan la misma concentración de fitonutrientes en el aceite crudo, pero retirando fosfátidos, representado mayormente por los fosfolípidos presentes en la muestra y que su remoción mejora la calidad del aceite, permitiendo su uso para aplicaciones como ingrediente en los alimentos. De esta manera, al retirarse los fosfolípidos, también se garantiza la disminución de residuales sensoriales que podrían ser otorgados por estos compuestos si los aplicáramos en el desarrollo de alimentos.

Tabla 3-7. Coeficiente de retención (C_R) de fosfátidos de aceite crudo en el proceso de ultrafiltración empleado membrana de PES y PVDF de 150 kDa.

Temperatura (°C)	TMP (kPa)	Corriente	PES		PVDF	
			Fosfátidos (%)	C_R (%)	Fosfátidos (%)	C_R (%)
40	500	Alimentación	79,12±2,80	77,33	42,14±0,26	52,16
		Permeado	17,94±5,77		20,16±0,07	
50	875	Alimentación	72,19±1,82	51,15	48,22±2,46	86,27
		Permeado	35,27±0,21		6,62±0,11	
60	1125	Alimentación	79,24±1,25	38,15	48,97±1,92	91,29
		Permeado	49,01±1,98		4,27±2,38	

3.3.5 Perfil de ácidos grasos

La Tabla 3-8 muestra que no hubo diferencias significativas en cuanto a la concentración de ácidos grasos en las corrientes de alimento y permeación tanto en la membrana de PVDF como de PES, pese a que los fosfátidos presentan menor peso molecular que los triglicéridos (Badui, 2006), y hubo mayor retención en estos primeros. Esto se debe posiblemente a la polaridad de la membrana. En este caso, los triglicéridos con compuestos apolares, lo que facilita su paso a través de las membranas mientras que la condición de los fosfolípidos como compuestos anfipáticos juega un papel importante en la retención de éstos, ya que permite la agrupación de éstos en forma de bicapa

10C Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

dependiendo de la concentración, por consiguiente, se podría esperar que si estas moléculas se retienen, aumenta la probabilidad de formación de bicapas y por lo tanto, disminuye la probabilidad de permeación.

Tabla 3-8. Perfil de ácidos grasos de las corrientes de alimentación y permeado durante el proceso de ultrafiltración.

Ácido graso	PVDF (%p/p)		PES(%p/p)	
	Alimento	Permeado	Alimento	Permeado
Láurico (C12:0)	n.d	n.d	n.d	n.d
Mirístico (C14:0)	0,31 ±0,00 ^a	0,31±0,00 ^a	0,31±0,00 ^a	0,31±0,00 ^a
Pentadecanoico (C15:0)	0,06 ±0,00 ^a	0,07±0,00 ^a	0,07±0,00 ^a	0,07±0,00 ^a
Ácido palmítico (C16:0)	30,36±0,15 ^a	30,15±0,10 ^a	30,19±0,09 ^a	30,40±0,02 ^a
Palmitoleico (C1 2)	0,39 ±0,00 ^a	0,39±0,00 ^a	0,40±0,00 ^a	0,39±0,00 ^a
Margarico (C17:0)	0,09 ±0,00 ^a	0,10±0,00 ^a	0,10±0,00 ^a	0,09±0,00 ^a
Ácido esteárico (C18:0)	2,68±0,05 ^a	2,73±0,01 ^a	2,71±0,05 ^a	2,75±0,00 ^a
Ácido oleico (C18:1n9c)	54,60±0,25 ^a	54,78±0,07 ^a	54,69±0,17 ^a	54,58±0,03 ^a
Ácido linoleico(C18:2n6c)	10,68±0,05 ^a	10,65±0,03 ^a	10,71±0,13 ^a	10,58±0,00 ^a
Vaccenic(C18:1n)	n.d.	n.d.	n.d	n.d
α-Linolenico (C18:3n3)	0,36±0,00 ^a	0,36±0,00 ^a	0,36±0,00 ^a	0,35±0,00 ^a
Araquídico (C20: 20)	0,26±0,00 ^a	0,26±0,00 ^a	0,27±0,00 ^a	0,27±0,00 ^a
Gondoico (C20:1n)	0,16±0,00 ^a	0,16±0,00 ^a	0,17±0,00 ^a	0,16±0,00

No se evidenció diferencias estadísticamente significativas con relación al perfil de ácidos grasos entre la alimentación y permeado obtenido a través de cada proceso de ultrafiltración. n.d.=no detectado por el método.

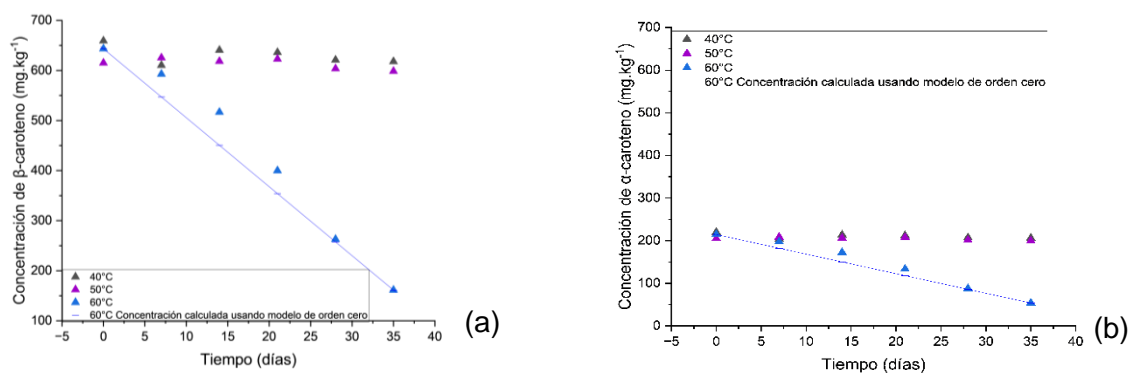
3.3.6 Estabilidad del aceite crudo bajo las condiciones de operación de ultrafiltración

Los resultados que se presentan a continuación con relación a la estabilidad del aceite crudo bajo tres condiciones de temperatura empleados en la ultrafiltración, fueron tomados textualmente del artículo: *Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (E. oleiferaxE. guineensis)* (Rada–Bula et al., 2024), que corresponde a resultados de esta investigación.

▪ Cinética de degradación de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el aceite crudo OxG

Se realizó el ajuste del modelo para la determinación del orden de reacción de degradación de α - β - caroteno, α - β - γ - δ -tocoferoles y α - β - γ - δ -tocotrienoles (Rada-Bula et al., 2024). Dependiendo del compuesto, éstos se ajustaron tanto al modelo de orden 0 y 1 con porcentajes de AARD% por debajo de 19,79%. Este comportamiento se encuentra de acuerdo con lo reportado por Jun et al., (2020) en donde también reportan porcentajes de AARD cercanos a este valor tanto para el ajuste de los modelos en carotenoides, como en tocoferoles como tocotrienoles (Rada-Bula et al., 2024). Las figuras 3-10 y 3-11 muestran la degradación de cada uno de los compuestos evaluados. De estos resultados, se evidencia que la temperatura tiene un efecto significativo sobre la concentración inicial (C_i) y la concentración en el tiempo (C_t) para cada uno de los compuestos evaluados a $60 \pm 1^\circ\text{C}$ (Tablas 3-9 y 3-10), sin embargo, para el caso de la evaluación a condiciones de temperaturas de $40 \pm 1^\circ\text{C}$ y $50 \pm 1^\circ\text{C}$, no se presentaron diferencias significativas, es decir, que temperaturas de $40 \pm 1^\circ\text{C}$ y $50 \pm 1^\circ\text{C}$ no degradan estos compuestos (Rada-Bula et al., 2024).

Figura 3-10. Concentración de muestra de (a) β -caroteno, (b) α -caroteno y (c) carotenoides totales estimado por técnica espectrofotométrica en aceite de palma crudo durante su almacenamiento. . Las líneas representan la concentración calculada empleando modelo cinético de orden 0 y 1 (Rada-Bula et al., 2024).



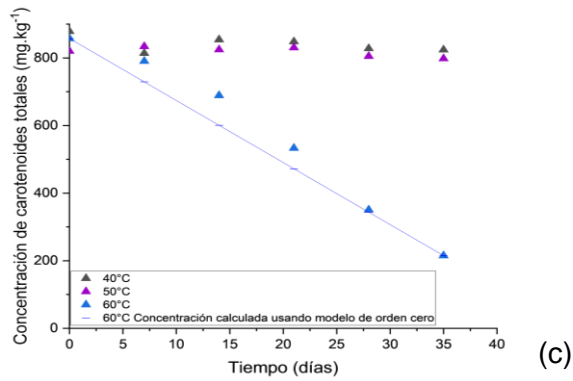
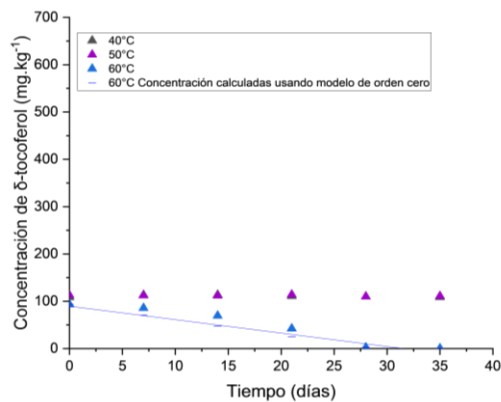
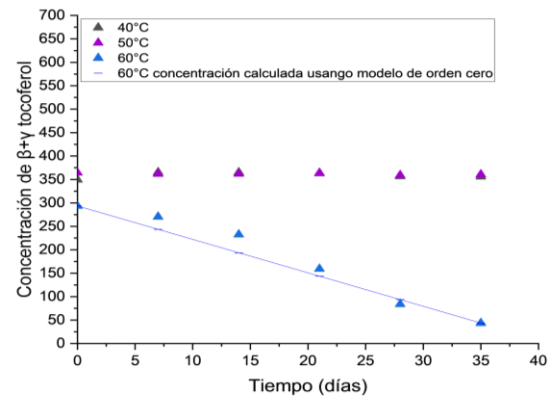
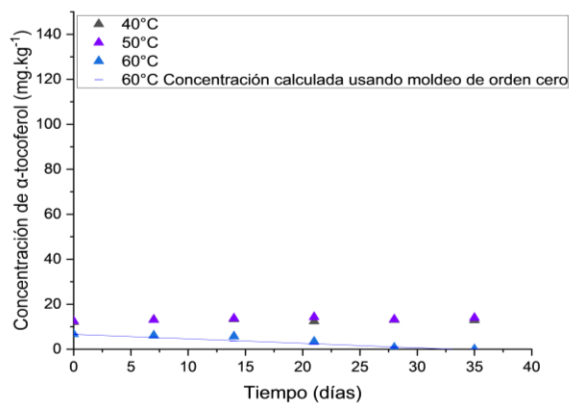


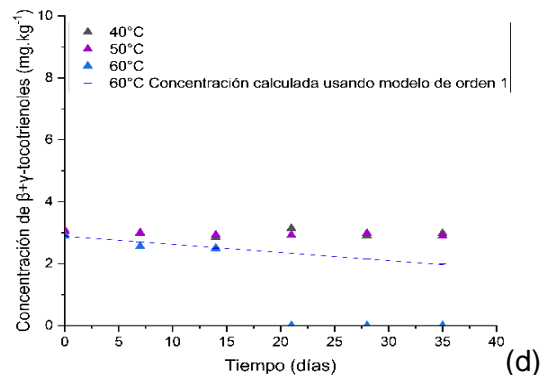
Figura 3-11. Concentración en mg.kg^{-1} de muestra de (a) α -tocoferol, (b) $\beta+\gamma$ - tocoferol, (c) δ -tocoferol, (d) α -tocotrienol, (e) δ -tocotrienol (f) tocoles totales en aceite de palma crudo. Las líneas representan la concentración calculada empleando modelo cinético de orden 0 y 1 (Rada-Bula et al., 2024).



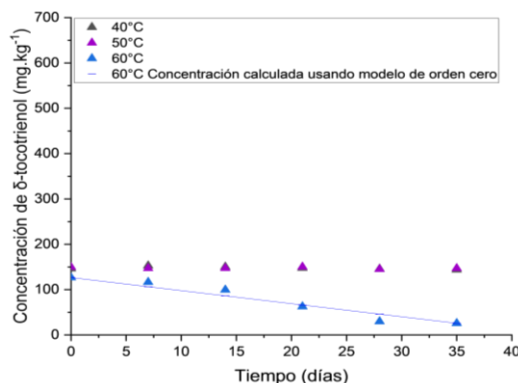
(a)

(b)

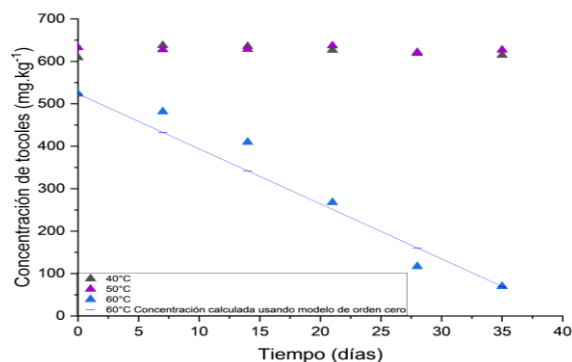
(c)



(d)



(e)



(f)

La concentración de los tocoferoles y tocotrienoles, fueron estables a temperaturas de $40\pm 1^\circ\text{C}$ y $50\pm 1^\circ\text{C}$, sin embargo, a $60\pm 1^\circ\text{C}$ existe un notorio decrecimiento en sus concentraciones (Figura 3-11) (Rada-Bula et al., 2024).

3.3.7 Oxidación lipídica del aceite crudo OxG: Evolución de los parámetros de índice de peróxidos, *p*-anisidina y Totox durante el almacenamiento

La oxidación primaria registrada con la determinación de índice de peróxidos no fue detectada en la muestra inicial de APC, por tratarse de una muestra recién obtenida en una planta de beneficio de aceite de palma y sólo hasta el almacenamiento bajo condiciones de temperatura se evidencia la peroxidación lipídica como lo muestra en la Tabla 3-8 y 3-9 (Rada-Bula et al., 2024), donde a $60\pm 1^\circ\text{C}$ estos compuestos son detectados a partir de la primera semana de almacenamiento y a partir de la segunda semana de almacenamiento tiene lugar la formación de estos compuestos a temperaturas inferiores de $40\pm 1^\circ\text{C}$ y $50\pm 1^\circ\text{C}$. Así mismo, otros índices como *p*-anisidina y Totox también incrementaron sus valores durante el almacenamiento de las muestras los cuales, no fueron detectados en la muestra inicial de aceite crudo OxG (Tabla 3-11) (Rada-Bula et al., 2024), cumpliendo con las características de calidad buena/aceptable de acuerdo con lo recomendado por el Codex Alimentarius, (1999); Comisión de Codex Alimentarius, (2019) Rada-Bula et al., (2024). Este comportamiento no se reporta en otros aceites de palma como lo estudiado por Jun et al., (2020) y en otros aceites de diferente origen (Xu et al., 2020; Rada-Bula et al., 2024). Sin embargo, tanto las características de estabilidad del APC de este estudio como en las comparaciones realizadas con otras referencias, todas se encuentran dentro de un margen de calidad aceptable de acuerdo con (Rada-Bula et al., 2024).

Tabla 3-9. La constante K (s⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas y el P – valor para cada uno de los isómeros de carotenoides.

	β- caroteno			α- caroteno			Carotenoides totales		
	Temperatura (°C)			Temperatura (°C)			Temperatura (°C)		
	40	50	60	40	50	60	40	50	60
P-valor	0,341	0,858	0,000	0,341	0,858	0,000	0,000	0,000	0,000
k (s-1)	-	-	13,698	-	-	4,566	0,001	0,002	23,247
AARD%	-	-	5,928	-	-	5,928	0,426	1,079	3,559

Tomado de: Rada-Bula et al., (2024).

Tabla 3-10. La constante k (s⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas y P – valor para cada uno de los isómeros de tocoferoles y tocotrienoles.

Compuesto	α-tocoferol			β+γ-tocoferol			δ-tocoferol			δ-tocotrienol			β+γ-tocotrienol			Tocoles totales		
Temperatura (°C)	40	50	60	40	50	60	40	50	60	40	50	60	40	50	60	40	50	60
P-valor	0,517	0,505	0,000	0,068	0,919	0,000	0,187	0,356	0,000	0,144	0,686	0,042	0,630	0,837	0,005	0,099	0,799	0,000
k (s-1)	-	-	0,224	-	-	7,141	-	-	2,674	-	-	0	-	-	0,018	-	-	12,927
AARD%	-	-	18,029	-	-	7,986	-	-	19,792	-	-	1,601	-	-	4,857	-	-	10,566

Tomado de Rada-Bula et al., (2024).

106 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

Tabla 3-11. . Evolución de los parámetros de índice de peróxidos, *p*-anisidina y Totox durante el almacenamiento de APC.

T (°C)	AGL (% ácido oléico)			Índice de peróxidos (mEq kg ⁻¹)			<i>p</i> -anisidina			Totox		
	60	50	40	60	50	40	60	50	40	60	50	40
Tiempo (días)												
0	2,062 ±0,108	2,067±0,107	2,039±0,087	0,000±0,000 ^f	0,000±0,000 ^c	0,000±0,000 ^f	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	0,000±0,000	0,000±0,000	0,000±0,000
7	2,083±0,136	2,087±0,116	2,241±0,111	14,043±1,072 ^d	0,000±0,000 ^c	0,000±0,000 ^f	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	28,71±2,619	2,689±0,004	0,000±0,000
14	2,202±0,047	2,118±0,087	2,218±0,201	21,971±3,309 ^d	3,301±0,553 ^b	1,731±0,000 ^d	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	42,018±8,086	6,602±1,106	3,637±0,741
21	2,235±0,034	2,236±0,055	2,246±0,009	57,767±2,932 ^c	4,155±0,325 ^b	3,293±0,302 ^c	0,805±0,236 ^b	0,000 ±0,000 ^c	0,000 ±0,000 ^c	116,433±8,773	8,311±0,650	6,763±0,735
28	2,261±0,045	2,153±0,149	2,132±0,323	75,895±1,621 ^b	8,582±0,653 ^a	5,159±0,002 ^b	0,990±0,056 ^b	0,669±0,174 ^b	0,209±0,001 ^b	150,908±0,012	17,832±1,480	10,527±0,007
35	2,112±0,110	2,126±0,302	2,091±0,665	104,664±5,076 ^a	9,415±0,215 ^a	6,198±1,013 ^a	1,250±0,178 ^a	0,890±0,002 ^a	0,728±0,044 ^a	215,097±9,326	19,719±0,429	14,142±1,452

Tomado de: Rada-Bula et al., (2024).

3.3.8 Rancimat y determinación de vida útil en aceite crudo OxG

El aceite crudo OxG presentó valores de OSI altos, con relación a lo reportado para otros aceites (Alberca Tocto & Huanca Vásquez, 2015; Rada-Bula et al., (2024), dando un indicio sobre la buena estabilidad del aceite. Realizando la extrapolación del Log de OSI a temperaturas de almacenamiento como $20\pm 1^{\circ}\text{C}$, $25\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $30\pm 1^{\circ}\text{C}$, podemos estimar que el tiempo de vida útil del APC bajo estas condiciones de es 616,85; 434,35 y 306,6 días, respectivamente (Tabla 3-12y 3-13) (Rada-Bula et al., 2024).

Tabla 3-12. Índice de estabilidad oxidativa (OSI) de aceite crudo OxG.

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	OSI \pm SD
90	109,460 \pm 1,682
100	52,937 \pm 0,718
110	26,853 \pm 0,342

Tomado de (Rada-Bula et al., 2024).

Tabla 3-13. Valores de extrapolación de OSI a temperaturas usuales de almacenamiento.

Temperatura ($^{\circ}\text{C}$)	Tiempo	
	Horas	Días
20	14847	616,85
30	10449	434,35
40	7354	306,6

Tomado de (Rada-Bula et al., 2024).

3.4 Conclusiones

Se desarrolló el diseño y construcción de un equipo de sistema de filtración tipo *Dead End* que permite realizar ensayos de ultrafiltración para diferentes matrices, específicamente, para aceite de palma. En este sentido de los ensayos de ultrafiltración se evidenció que los valores de flux de permeado entre las membranas difieren, debido a su polaridad. En este caso, las membranas de PES mostraron fluxes más bajos que los registrados para las membranas de PVDF debido a que éste último es altamente hidrofóbico, facilitando el paso de compuestos como triglicéridos y otros a fin a este material. Estos resultados se contrastaron con los valores obtenidos en la determinación de perfil de ácidos grasos, en donde no se evidenció diferencias significativas con relación a la concentración de los diferentes ácidos grasos determinados en el alimento con respecto al permeado.

Por otro lado, las condiciones de temperatura, presión y naturaleza de los materiales de membrana determinan el modelo de ensuciamiento o fouling, así, para el caso de membranas de PES, los modelos de *bloqueo intermedio* y *bloqueo completo* explican el 99,78%; 97,13% de la variación del flux, respectivamente bajo las condiciones de alta temperatura y presión evaluados en el diseño experimental, mientras que para la membrana de PVDF, el modelo de *formación de torta* explica el 98,06% de estas variaciones bajo estas mismas condiciones.

Estos modelos de ensuciamiento, explican en parte los valores obtenidos de coeficientes de retención de fosfolípidos. Por un lado, la membrana de PES presentó un valor máximo de retención del 77,33% en las condiciones de baja temperatura y presión del diseño (40°C y 500 kPa) y por otro lado, se evidenció mayores tasas de retención de fosfolípidos con el uso de la membrana de PVDF con valores del 86,27% y 91,29% a condiciones intermedias y altas de presión de temperatura (50°C y 875kPa y 60°C y 1125 kPa, respectivamente), sugiriendo que éstas últimas condiciones pudieran ser adecuadas para el proceso de ultrafiltración, sin embargo, los resultados del estudio de estabilidad del aceite de palma crudo evidenció una disminución significativa de la concentración de cada uno de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles bajo condiciones de 60°C, siguiendo modelos de orden de reacción 0 y 1. Estos resultados, permitieron inferir que la condiciones intermedias del diseño experimental, es decir 50°C y 875kPa empleando membrana de PVDF permite obtener un permeado de ultrafiltración con flux intermedios de permeados, por encima de los registrados con la membrana de PES, conservando la concentración inicial de ácidos grasos, sin presentar diferencias significativas en la concentración α - y β -caroteno y α -; β -+ γ -; δ tocoferol y α -; β -+ γ -; δ tocotrienol en el alimento y el permeado del aceite de palma crudo, con altos valores de retención de fosfátidos (86,27%).

Bajo este panorama, estas condiciones fueron seleccionadas como las adecuadas para la ultrafiltración del aceite de palma crudo y que posteriormente a través del desarrollo del objetivo 3 pueda estudiarse su estabilidad para proponer posibles usos en la industria alimentaria.

3.5 Bibliografía

Alberca Tocto, S. K., & Huanca Vásquez, M. A. (2015). Evaluación del índice de estabilidad oxidativa del aceite de moringa (*Moringa oleífera* Lam) por el método Rancimat.

Ariono, D., Wardani, A. K., Widodo, S., Aryanti, P. T. P., & Wenten, I. G. (2018). Fouling mechanism in ultrafiltration of vegetable oil. *Materials Research Express*, 5(3), 0–8. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/aab69f>

Aryanti, N., Harivram, A. S. K., & Wardhani, D. H. (2020). Fouling behavior of polyethersulphone ultrafiltration membrane in the separation of glycerin-rich solution as byproduct of palm-oil-based biodiesel production. *Journal of Engineering Science and Technology*, 15(2), 1202–1217.

Aryanti, N., Wardhani, D. H., & Nafiunisa, A. (2018). Ultrafiltration membrane for degumming of crude palm oil-isopropanol mixture. *Chemical and Biochemical Engineering Quarterly*, 32(3), 325–334. <https://doi.org/10.15255/CABEQ.2017.1244>

Badui, S. (2006). *Química de Alimentos*.

Baker, R. (2012). *Membrane technology and applications*. Third edition. Jhon Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1002/9781118359686>

Baker, R. W. (2004). *Membrane technology and applications*. In *Membrane Technologies and Applications*. John Wiley & Sons, Ltd. <https://doi.org/10.1201/b11416>

Belfort, G., Davis, R., & Zydney, A. (1994). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration. *Journal of Membrane Science*, 96, 1–58. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2020.117865>

Chew, J. W., Kilduff, J., & Belfort, G. (2020). The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration: An update. *Journal of Membrane Science*, 601(January), 117865. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2020.117865>

Codex Alimentarius. (1999). *Codex standard for named vegetable oils* (Vol. 210).

Comisión de Codex Alimentarius. (2019). Proyecto de revisión de la norma para aceites vegetales especificados (CODEX STAN 210-1999). Programa Conjunto FAO/OMS Sobre Normas Alimentarias. Comité Del Codex Sobre Grasas y Aceites, 26a sesión, 5.

de Almeida, E. S., da Silva Damaceno, D., Carvalho, L., Victor, P. A., Dos Passos, R. M., de Almeida Pontes, P. V., Cunha-Filho, M., Sampaio, K. A., & Monteiro, S. (2021). Thermal and physical properties of crude palm oil with higher oleic content. *Applied Sciences (Switzerland)*, 11(15). <https://doi.org/10.3390/app11157094>

de Morais Coutinho, C., Chiu, M. C., Basso, R. C., Ribeiro, A. P. B., Gonçalves, L. A. G., & Viotto, L. A. (2009). State of art of the application of membrane technology to vegetable oils: A review. *Food Research International*, 42(5–6), 536–550. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2009.02.010>

Doran, P. M. (2013). *Bioprocess engineering principles*. In Academic Press (Second edi).

Gonzalez-Diaz, A., Pataquiva-Mateus, A., & García-Núñez, J. A. (2021). Characterization and response surface optimization driven ultrasonic nanoemulsification of oil with high phytonutrient concentration recovered from palm oil biodiesel distillation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 612. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125961>

Hermia, J. (1982). Constant pressure blocking filtration laws-Application to power-law non-newtonian fluids. *Trans. Inst. Chem. Eng.* , 60, 183–187.

Jun, W., Ping, C., Sulaiman, R., Yi, Y., & Hean, G. (2020). Storage stability and degradation kinetics of bioactive compounds in red palm oil microcapsules produced with solution-enhanced dispersion by supercritical carbon dioxide : A comparison with the spray-drying method. *Food Chemistry*, 304(August 2019), 125427. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125427>

Ko, M. K., & Pellegrino, J. J. (1992). Determination of osmotic pressure and fouling resistances and their effects on performance of ultrafiltration membranes. In *Journal of Membrane Science (Vol. 74)*.

Liu, F., Hashim, N. A., Liu, Y., Abed, M. R. M., & Li, K. (2011). Progress in the production and modification of PVDF membranes. *Journal of Membrane Science*, 375(1–2), 1–27. <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2011.03.014>

Marchese, J., Ochoa, N. A., Pagliero, C., & Almandoz, C. (2000). Pilot-scale ultrafiltration of an emulsified oil wastewater. *Environmental Science and Technology*, 34(14), 2990–2996. <https://doi.org/10.1021/es9909069>

Mba, O. I., Dumont, M. J., & Ngadi, M. (2015). Palm oil: Processing, characterization and utilization in the food industry - A review. *Food Bioscience*, 10, 26–41. <https://doi.org/10.1016/j.fbio.2015.01.003>

Mohammad, A. W., Teow, Y. H., Chong, W. C., & Ho, K. C. (2018). Hybrid processes: Membrane bioreactor. In *Membrane Separation Principles and Applications: From Material Selection to Mechanisms and Industrial Uses* (pp. 401–470). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-812815-2.00013-2>

Rada-Bula, A., García-Nuñez, J., Muvdi-Nova, C., & Diaz-Moreno, C. (2023). Membrane technology in the oil industry and their potential application for recovery of phytonutrients from palm oil. *Journal of Oil Palm Research*, 35(2), 217–235. <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069>

Rada-Bula, A., Iqbal-Sandoval, M., Gonzalez-Diaz, A., Mondragón-Serna, A., Baena-Santa, M. A., Garcia-Nunez, J., Fontalvo, J., & Díaz-Moreno, C. (2024). Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (*E. oleiferaxE. guineensis*). *Food Packaging and Shelf Life*, 42, 101240.

Van Der Bruggen, B. (2009). Chemical modification of polyethersulfone nanofiltration membranes: A review. *Journal of Applied Polymer Science*, 114(1), 630–642. <https://doi.org/10.1002/app.30578>

Xu, Z., Ye, Z., Li, Y., Li, J., & Liu, Y. (2020). Comparative study of the oxidation stability of high oleic oils and palm oil during thermal treatment. 2020.

Zhao, C., Xue, J., Ran, F., & Sun, S. (2013). Modification of polyethersulfone membranes - A review of methods. *Progress in Materials Science*, 58(1), 76–150. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2012.07.002>

4. Análisis y modelamiento de la estabilidad de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en las permeaciones de ultrafiltración frente al aceite crudo palma del cruce interespecífico O×G.

4.1 Resumen

En este capítulo se realizó el estudio de estabilidad del aceite de palma crudo con relación al permeado de ultrafiltración obtenido a condiciones de $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y 875 kPa. Las muestras fueron sometidas simultáneamente a tres condiciones de temperatura: $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $70^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $80^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 20 días con la finalidad de promover una degradación de los carotenoides, tocs y t3s en las muestras y estimar el orden de reacción de degradación para cada caso. Adicionalmente, se realizaron ensayos de oxidación acelerada mediante la metodología de Rancimat evaluado a tres temperaturas ($90^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $100^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $110^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$). Los resultados evidenciaron que al inicio de los ensayos, la composición de APC y UF no presentaron diferencias significativas con relación a la concentración de fitonutrientes ($1600,96\pm 40,02$ mg/kg - $1612,91\pm 12,04$ mg/kg) de carotenoides totales y valores de $817,05\pm 43,48$ mg/kg y $739,27 \pm 5,97$ mg/kg de tocoles respectivamente, pero se evidenció una disminución de la concentración de cada isómero en el tiempo. El valor de índice de peróxido y el valor de *p*-anisidina aumentaron debido al efecto de la temperatura, mientras que los ácidos grasos libres no mostraron variaciones significativas. La vida útil del UF es mayor que el APC a temperaturas de $20^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $25^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $30^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, los cuales fueron estimados mediante metodología de extrapolación, mientras que a condiciones de oxidación como $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $70^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, se observa que no hay diferencias significativas con relación a su vida útil.

Palabras claves: Aceite crudo de palma, Carotenoides, Estabilidad, Rancimat, Tocoferoles, Tocotrienoles.

4.2 Materiales y métodos

4.2.1 Muestra de aceite crudo OxG

Se recolectó una tercera muestra del H1 el cual fue seleccionado en el objetivo 1 como el aceite más adecuado para este estudio por presentar la mayor concentración de fitonutrientes. Se realizó por tercera vez la toma de muestra como lo descrito en el capítulo anterior, en el numeral 3.2.1. Para este tercer objetivo, la muestra fue ultrafiltrada a condiciones de $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y 875 kPa, la cual se mantuvo en condiciones de refrigeración ($4^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$) hasta el inicio del ensayo de estabilidad y se reservó a las mismas condiciones de almacenamiento el APC de procedencia.

4.2.2 Estudio de estabilidad en aceite crudo OxG

▪ Cinética de degradación

El estudio de estabilidad se realizó simultáneamente en dos grupos de muestras: aceite de palma crudo (APC) y permeado de ultrafiltración (UF) bajo las mismas condiciones de almacenamiento. Se sirvieron las muestras en frascos color ámbar de 30 mL, con un espacio de cabeza inferior al 5% del volumen del frasco en tres condiciones de temperatura en una cámara de condiciones controladas de temperatura: $60 \pm 1^{\circ}\text{C}$, $70 \pm 1^{\circ}\text{C}$ y $80^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$. Cada 4 días durante 20 días se tomó de cada grupo de muestras los triplicados necesarios para cada análisis fisicoquímico.

4.2.3 Análisis de datos

Se realizó el análisis de datos de acuerdo con lo descrito en el numeral 3.2.5. para cada grupo de muestras: APC y UF.

4.2.4 Análisis de Rancimat y determinación de vida útil

La estabilidad del aceite de palma crudo (APC) y del permeado de ultrafiltración se empleó midiendo el tiempo de inducción con el uso del equipo Rancimat (Metrohm 892) con un flujo de aire de 10L/h y evaluando la muestra bajo tres temperaturas: 90, 100 y 110°C por triplicado. A través del método de extrapolación se determinó el tiempo de vida útil de la muestra evaluada en donde se relaciona el tiempo de inducción y temperatura (Ecuación 4-5) Donde, t corresponde a la temperatura en (°C) y a b corresponden a los coeficientes de la ecuación (Gülmez & Sahin, 2019; Rada-Bula et al., 2024).

$$\log IT = a(t) + b. \quad (4-5)$$

4.2.5 Análisis fisicoquímicos

Cada 4 días durante 20 días se tomaron muestras de APC y UF para las determinaciones de: carotenoides, Tocs, T3s, índice de peróxidos (IP) y p -anisidina siguiendo la metodología descrita en los numerales: 2.2.2. del capítulo 2 y el numeral 3.2.5. del capítulo 3.

4.3 Resultados y discusión

4.3.1 Caracterización inicial del aceite crudo OxG

Se realizó la caracterización inicial de la concentración de carotenoides, Tocs y T3s en el APC y en el (UF). Los resultados de la Tabla 4-1 muestra que no hubo diferencias significativas ($p < 0,05$) en cuanto a la concentración de carotenoides totales. Estos valores fueron de $1600,96 \pm 40,02$ mg/kg y $1612,91 \pm 12,04$ mg/kg para APC y UF, mientras que los valores de Tocolos fueron de $817,05 \pm 43,48$ mg/kg y $739,27 \pm 5,97$ mg/kg respectivamente.

Estos resultados van en coherencia con lo encontrado en el Capítulo 3, en donde se evidenció que el proceso de ultrafiltración a estas condiciones no afecta significativamente la concentración de estos compuestos en el permeado de ultrafiltración (UF), por consiguiente, la evaluación de la estabilidad de este aceite inicia bajo las mismas condiciones de concentración de carotenoides, Tocs y T3s.

Tabla 4-1. Composición inicial del aceite de palma crudo (APC) y permeado de ultrafiltración UF con relación al contenido de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.

Compuesto	APC	UF	P-valor
α -caroteno	401,70 \pm 10,43 ^a	403,93 \pm 3,36 ^a	0,8009
β -caroteno	1199,26 \pm 29,59 ^a	1208,98 \pm 8,68 ^a	0,6995
Carotenoides totales*	1600,96 \pm 40,02 ^a	1612,91 \pm 12,04 ^a	0,7252
δ -tocotrienol	18,83 \pm 1,66 ^a	15,59 \pm 0,40 ^a	0,1151
β + γ -tocotrienol	469,09 \pm 24,35 ^a	423,55 \pm 3,25 ^a	0,1199
α -tocotrienol	181,03 \pm 9,99 ^a	168,81 \pm 1,11 ^a	0,228
δ -tocoferol	23,00 \pm 0,00 ^b	12,50 \pm 0,71 ^a	0,0023
β + γ -tocoferol	2,47 \pm 0,01 ^a	2,41 \pm 0,00 ^a	0,8082
α -tocoferol	122,64 \pm 7,47 ^a	116,42 \pm 0,52 ^a	0,3606
Tocoles**	817,05 \pm 43,48 ^a	739,27 \pm 5,97 ^a	0,1291

*Total carotenoides calculados a partir de la sumatoria de α - y β - caroteno, isómeros obtenidos a través de HPLC. Los tocoles corresponden a la sumatoria de los isómeros de tocoferoles y tocotrienoles determinados por método cromatográfico. Las letras diferentes por fila indican diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$).

4.3.2 Cinética de degradación de los carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en el aceite crudo OxG

Las Figuras 4-1 y 4-2 muestran el comportamiento de los carotenoides totales y tocoles a las diferentes temperaturas evaluadas tanto para APC como UF. Tanto para APC como para UF, se evidenció que la tasa de degradación de los Tocs y T3s frente a los carotenoides es menor (Figura 4-1 y 4-2). Este comportamiento va de acuerdo con lo reportado por Loganathan, Tarmizi, et al., (2020) cuando evaluó la estabilidad del aceite crudo de palma y aceite refinado de palma a altas temperaturas como freído, microondas y horneado convencional.

Figura 4-1. Concentración en mg.kg^{-1} de muestra de carotenoides totales en aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración (UF). Las líneas corresponden al modelo cinético correspondiente para cada temperatura: orden 0 y 1.

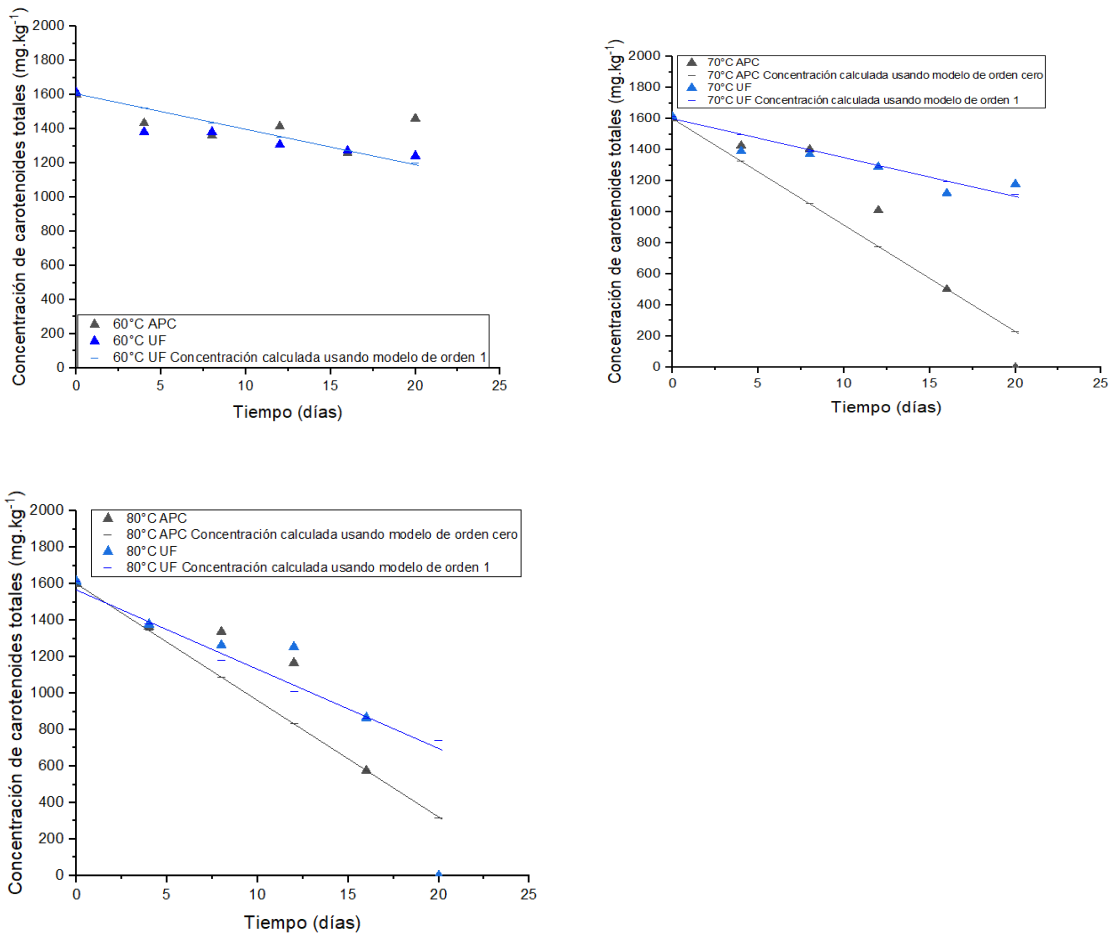
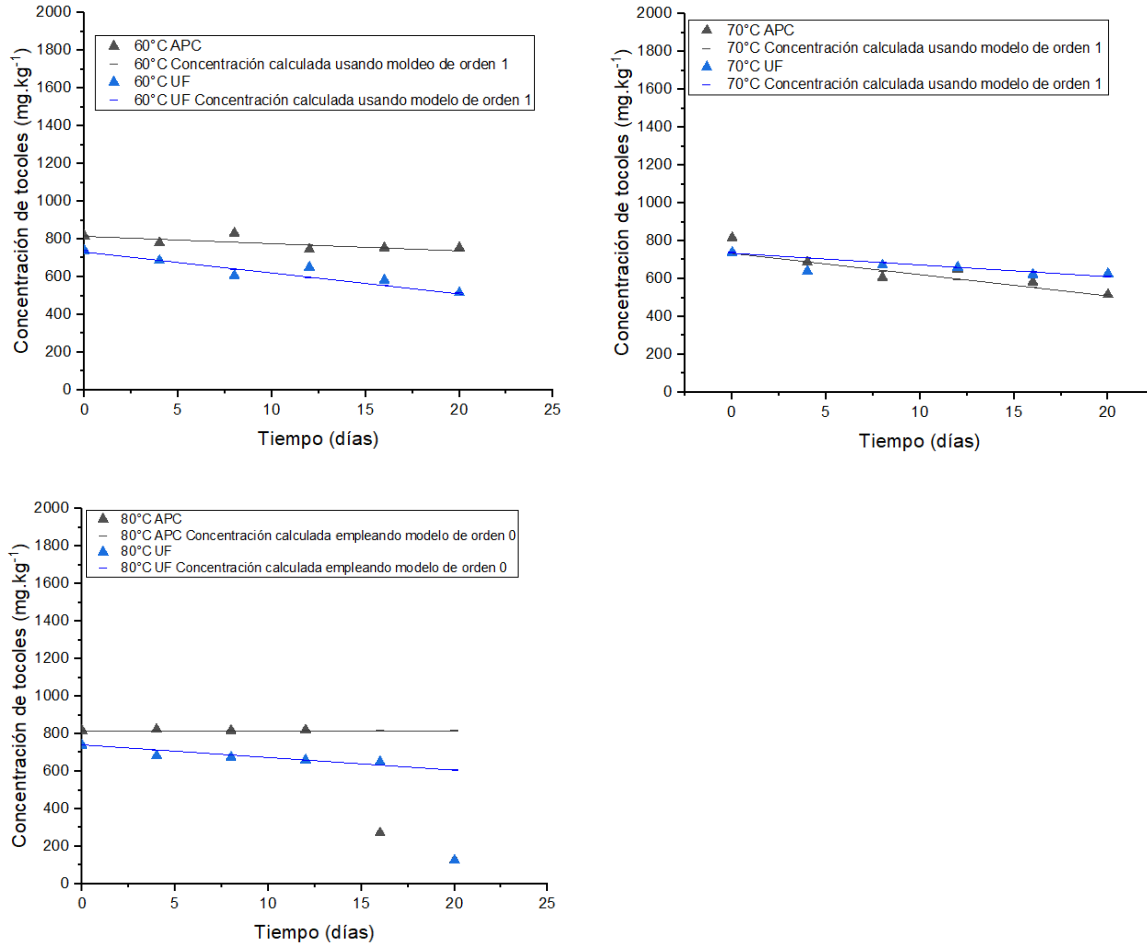


Figura 4-2. Concentración en mg.kg^{-1} de muestra de tocoles totales en aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración. Las líneas corresponden al modelo cinético de orden 0 y 1.



Durante el ensayo, se reportó que el almacenamiento a $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ mostró que las muestras de APC no presentaron diferencias significativas ($p < 0,05$) con relación a la concentración de carotenoides totales (Tabla 4-2), sin embargo, las muestras de permeado de ultrafiltración (UF) presentaron diferencias significativas en su concentración (Tabla 4-3), es decir, que se evidencia una degradación de estos compuestos respecto al APC. Se realizó el ajuste del modelo para la determinación del orden de reacción de degradación de los compuestos, los cuales se ajustaron mayormente a modelos de orden 0 para las muestras de APC, mientras que el modelo de orden 1 se ajustó mayormente a la degradación de carotenoides en las muestras de UF (Tabla 4-2 y 4-3), con un AARD% por debajo de 11,068 (Tabla 4-2 y 4-3).

Tabla 4-4. Valores de la constante k (s⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD %) y el P – valor de cada isómero de tocoferoles y tocotrienoles presentes en APC durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60±1°C, 70±1°C y 80±1°C).

Compuesto	α-tocoferol			β+γ-tocoferol			δ-tocoferol			α-tocotrienol			β+γ-tocotrienol			δ-tocotrienol			Tocoles totales		
	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80
Temperatura (°C)	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80
P-valor	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,019	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
k (s ⁻¹)	2,278	1,487	2,278	1,487	256,96	1,463	0,000	0,000	0,000	2,038	1,428	4,143	290,00	140,56	1208,3	0,000	0,000	0,000	1,027	0,536	1752,7
AARD%	9,483	14,903	9,483	14,903	17,319	11,557	17,473	67,722	68,706	7,702	13,55	20,109	5,223	4,325	27,286	17,473	19,871	15,933	3,176	2,971	23,723
Orden de reacción	1	1	1	1	0	1	0	1	1	1	1	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0

Tabla 4-5. . Valores de la constante k (s⁻¹), las desviaciones relativas medias absolutas (AARD %) y el P – valor de cada isómero de tocoferoles y tocotrienoles presentes en UF durante el almacenamiento a tres condiciones de temperatura (60°C, 70°C y 80°C).

Compuesto	α-tocoferol			β+γ-tocoferol			δ-tocoferol			α-tocotrienol			β+γ-tocotrienol			δ-tocotrienol			Tocoles totales		
	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80
Temperatura (°C)	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80	60	70	80
P-valor	0,053	0,000	0,000	0,070	0,000	0,083	0,000	0,000	0,000	0,009	0,000	0,000	0,004	0,000	0,000	0,040	0,000	0,000	0,020	0,000	0,000
k (s ⁻¹)	27,006	2,278	278,78	0,569	0,240	2,165	1,555	0,000	50,908	0,245	2,038	278,78	1320,9	290,00	1320,9	2,007	0,000	2,007	0,283	1,027	1971,2
AARD%	2,637	9,483	20,397	4,428	4,453	9,737	33,446	38,360	22,540	1,657	7,702	20,397	24,829	5,223	24,829	6,370	17,47	6,370	2,198	3,176	17,53
Orden de reacción	0	1	0	0	1	0	1	1	0	1	1	0	0	0	0	0	1	0	1	1	0

La Tabla 4-4 evidencia que en las muestras de aceite de palma crudo, el α -tocoferol presentó mayor estabilidad durante el almacenamiento a 60°C debido a que su p-valor fue igual a 0,05, con respecto a los demás isómeros, que presentaron diferencias significativas en las concentraciones durante el almacenamiento, sin embargo, sin excepción, tanto los tocoferoles como los tocotrienoles se degradaron bajo las condiciones de temperaturas de esta investigación (60±1°C, 70±1°C y 80±1°C). Este comportamiento, va de acuerdo con lo encontrado en el Capítulo 3 en donde se evidencia que tanto los tocoferoles como los tocotrienoles inician su proceso de degradación a partir de los 60°C, mientras que, a temperaturas inferiores, como 40°C y 50°C, no se presentan diferencias significativas en cuanto a su concentración en el aceite de palma crudo (Tabla 4-5).

Con relación a otros parámetros como ácidos grasos libres – AGL, no se evidenciaron diferencias significativas con relación a su valor durante el tiempo de almacenamiento a las tres temperaturas de evaluación (60°C, 70°C y 80°C) tanto para las muestras de aceite de palma crudo como de permeado de ultrafiltración. Este resultado era de esperarse, considerando que en el sistema no hay variaciones de humedad que pueda generar alguna reacción de hidrólisis que propicie su formación (Rincón & Martínez, 2009), además de encontrarse en coherencia con los resultados obtenidos por Teh et al., (2023) quienes en sus experimentaciones evidenciaron que la temperatura no tiene un efecto significativo sobre el valor de AGL en el aceite crudo de palma a temperaturas de 23°C y 35°C y a lo reportado por Loganathan et al., (2020) en aceite crudo de palma y aceite refinado de palma a altas temperaturas (Tabla 4-6).

124 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

Tabla 4-6. Evolución del parámetro de AGL en el aceite de palma crudo (APC) y de aceite ultrafiltrado (UF) durante su almacenamiento a tres temperaturas (60, 70 y 80°C) durante 20 días de almacenamiento.

		AGL (% ácido oléico)			AGL (% ácido oléico)		
		Aceite de palma crudo (APC)			Aceite Ultrafiltrado (UF)		
T (°C)		60	70	80	60	70	80
	Tiempo (días)						
	0	2,22±0,08 ^a	2,22±0,08 ^a	2,22±0,08 ^a	2,15±0,11 ^a	2,15±0,11 ^a	2,15±0,11 ^a
	4	2,33±0,06 ^a	2,23±0,21 ^a	2,17±0,05 ^a	2,21±0,22 ^a	2,22±0,21 ^a	2,36±0,16 ^a
	8	2,17±0,223 ^a	2,26±0,18 ^a	2,21±0,09 ^a	2,11±0,04 ^a	2,39±0,29 ^a	2,06±0,00 ^a
	12	2,13±0,134 ^a	2,04±0,03 ^a	2,30±0,05 ^a	2,03±0,00 ^a	2,34±0,00 ^a	2,19±0,17 ^a
	16	2,34±0,005 ^a	2,05±0,30 ^a	2,13±0,08 ^a	2,13±0,16 ^a	2,33±0,29 ^a	2,00±0,31 ^a
	20	2,22±0,17 ^a	2,11±0,07 ^a	2,13±0,08 ^a	2,14±0,15 ^a	2,36±0,08 ^a	2,18±0,03 ^a

Se realizó un ANOVA de tres factores (tiempo, temperatura y tipo de aceite), donde el P-valor fue de 0,6659. Es decir, que esta variable no afecta significativamente la calidad y estabilidad de las dos muestras de aceite: APC y UF.

Tanto las muestras de aceite de palma crudo como las muestras de permeado de ultrafiltración presentaron inicialmente una concentración baja del valor de peróxidos (entre $0,13 \pm 0,01$ y $0,55 \pm 0,00$ meq O_2 /kg de aceite, respectivamente). Estos resultados van en coherencia con lo reportado por Loganathan, Tarmizi, et al., (2020b) quien registró un valor de $0,30 \pm 0,00$ meq O_2 /kg, el cual se encuentra dentro del rango permitido por el Codex Alimentarius (<15 meq O_2 /kg) para aceites vírgenes o sin refinar (Codex Alimentarius, 2023). Por otro lado, tanto para la muestra de APC como UF la temperatura hubo un efecto significativo sobre la concentración final de los valores de índice de peróxido y de *p*-anisidina, en especial en las muestras de UF, aunque, los valores finales son comparables con los obtenidos en las muestras de APC (Tablas 4-7 y 4-8).

Tabla 4-7. Evolución del parámetro de índice de peróxidos en muestras de aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración en el tiempo de almacenamiento.

Índice de peróxidos (mEqO ₂ kg-1 de aceite)							
		Aceite crudo de palma (APC)			Aceite ultrafiltrado (UF)		
Días		60	70	80	60	70	80
	0	0,13±0,01 ^a	0,137±0,01 ^a	0,137±0,01 ^a	0,55±0,00 ^a	0,558±0,00 ^a	0,55±0,00 ^a
	20	30,06±1,14 ^b	69,60±1,31 ^b	94,29±0,12 ^b	49,364±1,553 ^b	98,17±5,213 ^b	102,94±5,74 ^b

Letras diferentes vertical, indican diferencias estadísticamente significativas (P<0,05).

Tabla 4-8. Evolución del parámetro de índice de *p*-anisidina en muestras de aceite de palma crudo y permeado de ultrafiltración en el tiempo de almacenamiento.

<i>p</i> -anisidina						
Aceite de palma crudo (APC)				Aceite ultrafiltrado (UF)		
Días	60	70	80	60	70	80
0	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.	n.d.
20	2,58±0,13	2,53±0,05	4,75±0,988	2,41±0,07	5,576±0,881	5,936±0,1195

n.d.=no detectable.

Cui & Decker, (2016) sugiere que los fosfolípidos juegan un papel importante en la estabilidad de los aceites. Por un lado, estos compuestos pueden establecer enlaces con metales, que son compuestos prooxidantes, a través de las cargas negativas del cabezal fosfato. Este hecho, podría sugerir que la remoción de fosfátidos del APC a través de ultrafiltración, permitiría retirar, adicionalmente, estos catalizadores y por consiguiente, presentar una estabilidad comparable con el APC. Esto podría evidenciarse con los resultados del porcentaje de cenizas reportado en este mismo estudio en el Capítulo 5, donde se evidencia más porcentaje de estos compuestos en las muestras que contienen APC. Estos resultados, podrían explicar que estabilidad del aceite UF no dista mucho de lo reportado en esta investigación para el APC.

4.3.3 Rancimat y determinación de vida útil en aceite crudo OxG y aceite ultrafiltrado (UF)

Con relación a la determinación de vida útil, el aceite de palma crudo presentó valores altos de OSI con respecto al UF (Tabla 4-9), sin embargo, para ambos casos, tanto el aceite APC como UF, presentan valores de OSI por encima a lo reportado en literatura para el aceite de sésamo, chía y de oliva sin filtrar. Estas comparaciones resultan importante, considerando en especial el comportamiento la resistencia a la oxidación lipídica que presenta el aceite de oliva, con el que se podría establecer una comparación, considerando que es un aceite que en su proceso de extracción, conserva los componentes menores, principalmente antioxidantes.

Tabla 4-9. Valores de OSI para cada muestra evaluada: aceite crudo de palma y permeado de ultrafiltración.

	APC	UF	Aceite de Chía (Rodríguez et al., 2020)	Aceite de Sésamo (Rodríguez et al., 2020)	Aceite de oliva sin filtrar (Fakhry et al., 2023)
Temperatura (°C)	OSI±SD	OSI±SD	OSI±SD	OSI±SD	OSI±SD
90	95,84±1,09 ^a	71,02±1,06 ^b	6,16±0,01	-	-
100	48,50±1,40 ^a	33,93±0,15 ^b	3,03±0,05	-	29
110	24,10±0,53 ^a	14,14±0,18 ^b	1,49±0,00	10,45±0,25	13

Letras diferentes horizontal, indican diferencias significativas $p < 0,05$

Realizando la extrapolación del Log de OSI a temperaturas de almacenamiento como 20 ± 1 , 25 ± 1 , 30 ± 1 , 60 ± 1 , 70 ± 1 y 80 ± 1 °C, podemos estimar que el tiempo de vida útil de las dos muestras de aceites evaluadas (Tabla 4-10). Desde este punto de vista, existen diferencias significativas con relación a la vida útil entre cada muestra, presentando mayor vida útil el permeado de ultrafiltración a temperaturas de 20 ± 1 , 25 ± 1 y 30 ± 1 °C. Sin embargo, después de 60 °C, estas diferencias disminuyen, teniendo un comportamiento similar de estabilidad al APC al no presentarse diferencias significativas a estas temperaturas (60 ± 1 °C y 70 ± 1 °C).

Tabla 4-10. Extrapolación del OSI y estimación de vida útil de aceite de palma crudo (APC) y aceite ultrafiltrado (UF) a diferentes temperaturas.

Muestra	A(°C ⁻¹)	B	R ²
APC	54765,062±52,416	-0,070±1,957 E-05	0,998
UF	113384,135±57,0562	-0,0837±0,0003	0,995

	APC	UF	
Temperatura (°C)	Tiempo (años)	Tiempo (años)	P-valor
20	1,556±0,014 ^b	2,661±0,233 ^a	0,0020
25	1,095±0,009 ^b	1,765±0,144 ^a	0,0081
30	0,771±0,006 ^b	1,171±0,089 ^a	0,0225
60	0,094±0,001	0,100±0,004	0,1648
70	0,046±0,000	0,044±0,009	0,1367
80	0,023±0,000 ^a	0,019±0,000 ^b	0,0007

4.4 Conclusión

La experimentación evidenció diferencias significativas en la concentración inicial de α - y β - caroteno, α - β + γ - δ -tocoferoles y α - β + γ - δ -tocoferoles con respecto a la concentración final de estos compuestos, en una relación directamente proporcional a la temperatura ($60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $70^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $80^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$). Estos resultados, adicionalmente dejaron en evidencia que los carotenoides presentaron una mayor tasa de degradación que los tocoles, siguiendo modelos de orden de reacción cero y uno.

Por otro lado, los resultados de estabilidad oxidativa registrados con el equipo de Rancimat, mostró valores de OSI son más altos en el aceite de palma crudo con respecto al permeado de ultrafiltración, sin embargo, estos resultados se encuentran por encima a lo registrado en otras matrices oleosas ricas en otras especies antioxidantes como ocurre con el aceite de oliva. Estos resultados sugieren que, realizando comparaciones con valores reportados en la literatura, la estabilidad oxidativa de ambos aceites (aceite crudo de palma y permeado de ultrafiltración) podrían estar por encima de otros aceites vegetales. Realizando la estimación de vida útil de ambos aceites por metodología de extrapolación, a partir de $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, los valores de vida útil de ambas muestras tienden a ser las mismas ya que no se reportan diferencias estadísticamente significativas.

Los resultados presentados en este capítulo reflejan únicamente el comportamiento de la estabilidad de los fitonutrientes del aceite de palma crudo presentes en muestras de permeado de ultrafiltración, sin embargo, el comportamiento de estos compuestos debe ser evaluado en una matriz alimenticia, por lo que se propuso al final de esta investigación un capítulo especial de aplicaciones de esta muestra como ingrediente de origen natural con contenido de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles para el desarrollo de una matriz alimenticia, como presenta en el siguiente capítulo.

4.5 Bibliografía

Achir, N., Randrianatoandro, V. A., Bohuon, P., Laffargue, A., & Avallone, S. (2010). Kinetic study of β -carotene and lutein degradation in oils during heat treatment. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 112(3), 349–361. <https://doi.org/10.1002/ejlt.200900165>

Codex Alimentarius. (2023). Standard for named vegetable oils.

Cui, L., & Decker, E. A. (2016). Phospholipids in foods: Prooxidants or antioxidants? *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 96(1), 18–31. <https://doi.org/10.1002/jsfa.7320>

Fakhry, G., Ibrahim Omar, M. A., Ahmed Mahmoud, M., Abd Elrahman Gamal Fakhry, A., & Aboel-Ainin, M. A. (2023). Physicochemical characteristics, inhibition of lipid peroxidation, and oxidative stability index by antioxidant alternatives of promising binary oil blend (Canola and Olive oils). *Scientific Journal of Agricultural Sciences*, 141–159. <https://doi.org/10.21608/sjas.2023.2461>

Gülmez, Ö., & Sahin, S. (2019). Evaluation of oxidative stability in hazelnut oil treated with several antioxidants: Kinetics and thermodynamics studies. *LWT - Food Science and Technology*, 111, 478–483. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2019.05.077>

Loganathan, R., Tarmizi, A. H. A., Vethakkan, S. R., & Teng, K. T. (2020a). Retention of carotenes and vitamin e, and physicochemical changes occurring upon heating red palm olein using deep-fat fryer, microwave oven and conventional oven. *Journal of Oleo Science*, 69(3), 167–183. <https://doi.org/10.5650/jos.ess19209>

Loganathan, R., Tarmizi, A. H. A., Vethakkan, S. R., & Teng, K. T. (2020b). Storage stability assessment of red palm olein in comparison to palm olein. *Journal of Oleo Science*, 69(10), 1163–1179. <https://doi.org/10.5650/jos.ess20036>

Rada-Bula, A., Iqbal-Sandoval, M., Gonzalez- Diaz, A., Mondragón-Serna, A., Baena-Santa, M. A., Garcia-Nunez, J., Fontalvo, J., & Díaz-Moreno, C. (2024). Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (*E. oleiferaxE. guineensis*). *Food Packaging and Shelf Life*, 42, 101240.

Rincón, S., & Martinez, D. (2009). Análisis de las propiedades del aceite de palma en el desarrollo de su industria. *Revista Palmas*, 30(2), 11–24.

Rodríguez, G., Villanueva, E., Cortez, D., Sanchez, E., Aguirre, E., & Hidalgo, A. (2020). Oxidative Stability of Chia (*Salvia hispanica* L.) and Sesame (*Sesamum indicum* L.) Oil Blends. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 97(7), 729–735. <https://doi.org/10.1002/aocs.12357>

Teh, S. S., Lau, H. L. N., & Wafti, N. S. B. A. (2023). Storage stability and degradation kinetics of phytonutrients of red palm-pressed mesocarp olein. *Journal of Oleo Science*, 72(5), 511–520. <https://doi.org/10.5650/jos.ess22356>

5. Aplicaciones del aceite ultrafiltrado como ingrediente natural fuente de fitonutrientes en la industria alimentaria

5.1 Resumen

Para establecer las recomendaciones y posibles usos del aceite de palma ultrafiltrado en la industria alimentaria, se realizó la formulación de un alimento horneado, en este caso torta de zanahoria. Se elaboraron 4 formulaciones F1, F2, F3 y F4 con la adición de aceite convencional de palma (aceite refinado - RBD), adición de aceite ultrafiltrado (UF 50% y al 100%) y adición de aceite crudo de palma OxG (100%). Cada uno de los tratamientos fueron horneados a temperatura de $170^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ por 40 minutos. Se realizó el análisis bromatológico, de color, textura y sensorial de cada una de las muestras de tortas. Las muestras de torta F1, F2, F3 presentaron valores de humedad, proteína y grasa cercanos al 55%b.s., 4,60%, 0,27%b.s. respectivamente, mientras que la muestra F4 presentó valores más elevados de proteína y cenizas con relación a las tres formulaciones anteriores. Instrumentalmente, las muestras formuladas con UF y APC presentaron mayores valores de Chroma con relación a la muestra formulada con aceite RBD (entre 61,21 a 63,58 frente a 43,63) lo que indica un aporte importante como pigmento dentro de la formulación de este alimento. Los valores de adhesividad, elasticidad y cohesividad fueron más bajas en las formulaciones F2, F3 y F4 frente a la muestra F1, aunque estas diferencias que no fueron percibidas por los consumidores durante el análisis sensorial. Las formulaciones con UF y APC no presentaron diferencias con relación a la concentración de estos compuestos y sensorialmente los consumidores prefirieron la torta con adición de UF 50%, seguido del UF 100% y por último el APC 100% principalmente por el sabor que confiere los fosfolípidos al alimento. Esto evidencia que el UF puede ser una buena opción como aporte de estos compuestos en la formulación de alimentos, conservando características similares de calidad presentes en el aceite RBD y que el

proceso de horneado ensayado no afecta en este caso la concentración de estos compuestos.

Palabras claves: Aceite de palma alto oleico, Alimento, Horneado, Carotenoides, Tocoferoles, Tocotrienoles.

5.2 Materiales y métodos

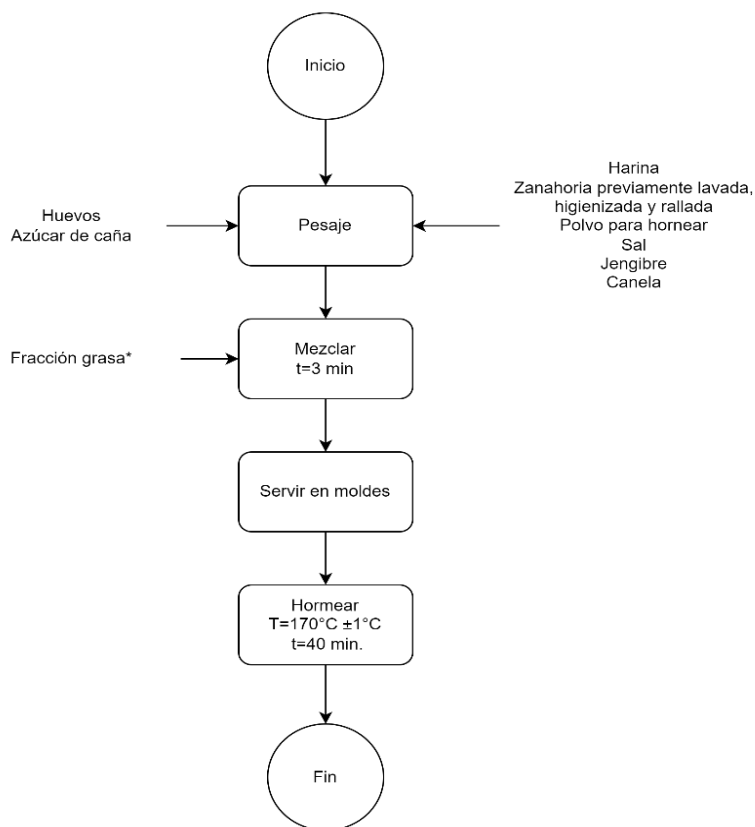
5.2.1 Muestras

Se emplearon 3 muestras de aceite durante la experimentación: (1) aceite de palma refinado (aceite RBD) producido en la zona oriental del país fue obtenido en un mercado local, (2) aceite crudo OxG, obtenido de la planta Guaicaramo S.A.S.(muestra H1) obtenida de la salida de proceso denominada “Aceite Terminado”, recolectando 2,5 L de aceite crudo OxG por cada hora en un tiempo total de 8 horas y (3) UF obtenido de un sistema de membranas tipo *Dead End* para la recolección de la muestra, tomando el permeado durante 3,5 horas para a temperatura de $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y 875 MPa de presión absoluta.

Una vez recolectadas las muestras, éstas fueron almacenadas a condiciones de refrigeración en frascos color ámbar hasta la elaboración de la torta de zanahoria.

5.3 Preparación de las tortas

Se pesaron y reservaron los ingredientes secos: harina, zanahoria previamente lavada, desinfectada y rallada, polvo para hornear, bicarbonato de sodio, sal, jengibre y canela. Posteriormente se pesó el azúcar de caña y se le añadieron los huevos y por aparte, se pesaron las respectivas fracciones de aceite RBD, UF y aceite crudo OxG. Se realizó la incorporación del aceite a la mezcla de azúcar de caña y huevos empleando una mezcladora agitando por tiempo de 3 minutos (Figura 5-1) y finalmente se añadió a esta mezcla la zanahoria rallada y los ingredientes secos con movimientos envolventes. Se sirvieron en moldes y se hornearon a temperatura de $170^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ durante 40 minutos.

Figura 5-1. Diagrama de flujo de elaboración de la torta de zanahoria.

*La fracción grasa corresponde a la adición de 100% aceite RBD (F1), 50% APAO-UF (F2), 100% APAO-UF (F3) y 100% APAO (F4).

5.3.1 Formulaciones

Se realizaron 4 formulaciones de torta de zanahoria con las siguientes fracciones grasas (Tabla 5-1):

- F1: un control negativo con el uso de 100% de aceite de palma refinado (aceite RBD) como fracción grasa en la mezcla.
- F2: una formulación con inclusión del 50% UF y 50% de aceite RBD.
- F3: una formulación con la adición del 100% de UF.
- F4: un control positivo con la adición del 100% de APC.

Tabla 5-1. Formulaciones ensayadas en la experimentación.

Ingredientes	F1 (%)	F2 (%)	F3 (%)	F4 (%)
Harina	100	100	100	100
Zanahoria	130	130	130	130
Azúcar de caña	40	40	40	40
Aceite crudo OxG	-	-	-	50
Aceite RBD	50	25	-	-
UF		25	50	
Huevos	60	60	60	60
Polvo para hornear	2,5	2,5	2,5	2,5
Bicarbonato de sodio	1,8	1,8	1,8	1,8
Sal	1	1	1	1
Jenjibre	0,5	0,5	0,5	0,5
Canela	0,5	0,5	0,5	0,5

Los porcentajes de adición de cada uno de los ingredientes en las diferentes formulaciones se encuentran calculados con relación a la adición de harina. En este caso, la base de cálculo de harina como 100%.

5.4 Análisis fisicoquímicos

Una vez obtenidas las tortas se realizaron como primeros ensayos el análisis sensorial, seguido de los análisis fisicoquímicos de determinación de humedad y extracto etéreo, cenizas, proteína, color y textura para evitar cambios significativos y evitar incurrir a errores experimentales. Una fracción de estas muestras fueron conservadas por termino no mayor a una semana en bolsas al vacío y a temperatura de 4°C±1°C hasta el momento de la realización de los análisis restantes: proteínas y determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles.

5.4.1 Determinación de humedad

Se realizó la determinación por método gravimétrico. Se pesaron 5 g de muestra, en cápsula de porcelana y se llevó a horno a temperatura de 105°C durante 3 horas. Se retiró de la estufa y se dejó enfriar en un desecador. Se registró el peso hasta que éste fuera peso constante y se calculó el contenido de humedad de acuerdo con la ecuación 5-1. AOAC 925.10-1925 (AOAC, 2005).

$$\% \text{ de humedad} = \frac{\text{peso inicial de cápsula con muestra (g)} - \text{peso final de la cápsula (g)}}{\text{peso de la muestra}} \times 100 \quad (5-1)$$

5.4.2 Determinación de cenizas

Se realizó a través del método AOAC 123.03-123 (AOAC, 2005b). Se pesaron 5 g de muestras en un crisol previamente tarado. Se dispuso el crisol con muestra al interior de una mufla y se incineró por tiempo de 12 horas a temperatura de 550°C. Se estimó el porcentaje de ceniza a través de la ecuación 5-2.

$$\% \text{ Cenizas} = \frac{\text{Peso de crisol con cenizas (g)} - \text{Peso de crisol vacío (g)}}{\text{Peso de la muestra (g)}} \times 100 \quad (5-2)$$

5.4.3 Determinación de extracto etéreo

Se realizó la determinación de extracto etéreo procediendo de la muestra previamente empleada en la determinación de humedad. Para esta determinación se empleó el método Soxhlet en donde se dispuso la muestra en un cartucho de extracción. Se llenó un balón con 250 mL de solvente y se ensambló el sistema en donde el balón estuvo en contacto con una plancha de calentamiento, se ensambló el tubo Soxhlet y finalmente el condensador. El proceso de extracción se realizó por tiempo de 4 horas. Posteriormente con ayuda de un rotaevaporador se retiró la fracción de solvente de la fracción grasa y se procedió a registrar su peso AOAC 920.85-1920 (AOAC, 2005a). El porcentaje de extracto etéreo de la muestra fue calculado por la ecuación 5-3:

$$\% \text{ Grasa}_{b.s.} = \frac{\text{Peso de balón con grasa extraída (g)} - \text{Peso de balón vacío (g)}}{\text{Peso de la muestra seca (g)}} \times 100 \quad (5-3)$$

5.4.4 Determinación de proteína

Para esta determinación se empleó el método Kjeldahl. Para este método se realizó inicialmente la digestión catalítica en medio ácido pesando de 0,2 a 0,8 g de la muestra en un vidrio reloj, el cual se transfirió a un balón de digestión Kjeldahl de 250 mL. Posteriormente se adicionó 1/4 de pastilla catalizadora de selenio y 9 mL de H₂SO₄ concentrado para su calentamiento. Se enfrió a temperatura ambiente y posteriormente se adicionó 200 mL de agua destilada. Por otro lado, en un Erlenmeyer de 250 mL se adicionó 100 mL de solución de H₃BO₃ al 4% con unas gotas del indicador Tashiro. Nuevamente se realizó un calentamiento del sistema y se recogió el destilado en el Erlenmeyer hasta que la solución cambiara a verde. Una vez finalizado este proceso, se retiró el Erlenmeyer y se tituló con una solución de HCl 0.1 N. El cálculo el porcentaje de nitrógeno a través de la

ecuación (5-4) y el porcentaje de proteína con la ecuación (5-5), considerando como factor de cálculo 5,33.

$$\% \text{ Nitrógeno} = V * N * \frac{14}{1000} * \frac{100}{\text{peso de la muestra (g)}} \quad (5-4)$$

$$\% \text{ Proteína} = \% \text{ Nitrógeno} * F \quad (5-5)$$

Donde: V es el volumen gastado de HCl (mL), N es el título de HCl (normalidad) y F es el factor para el cálculo de la proteína.

5.4.5 Determinación de color

Se realizó un corte transversal de la torta (Figura 5-3 c) y se tomó la medición de color en 6 puntos de la muestra, sin incluir la corteza. La determinación se realizó con un colorímetro Konica Minolta CR-400 empleando el sistema del International Commission on Illumination (CIE) L, a* y b* donde L* es la luminosidad en un rango entre 100 (blanco) y 0 (negro), a* positivo (tendencia hacia los rojos), a* negativo (tendencia hacia los verdes), b* positivo (tendencia hacia los amarillos) y b* negativo (tendencia hacia los azules) (Mahloko et al., 2019; Perez-Santana et al., 2021). Se empleó el iluminante D65 y ángulo de 10° para las mediciones. También se calculó la diferencia total de color empleando la ecuación (5-2)

$$\Delta E^* = \sqrt{(L_i^* - L_0^*)^2 + (a_i^* - a_0^*)^2 + (b_i^* - b_0^*)^2} \quad (5-2)$$

Donde, L_i^* ; a_i^* b_i^* corresponde a los valores de los parámetros de color de las muestras provenientes de las diferentes formulaciones F2, F3 y F4, mientras que L_0^* ; a_0^* ; b_0^* a los valores de los parámetros de la muestra control (F1).

5.4.6 Determinación de textura

Se realizó un análisis de perfil de textura empleando un texturómetro TA.TX Plus. Las tortas fueron seccionadas en forma de paralelepípedo de dimensiones de 30mm x 30mm x 80mm. La velocidad del test fue de 1 mm/s, pre-test de 1 mm/s y post test de 5 mm/s y una fuerza de disparo de 5 g. Durante el ensayo se obtuvieron los valores de dureza (g fuerza), adhesividad (g.s), elasticidad, cohesividad, gomosidad y masticabilidad. Se tomaron 6 mediciones por cada muestra evaluada.

5.4.7 Determinación de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles

Se realizó en frío la molienda de la muestra de torta y se secó a temperatura de $40^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ en condiciones de vacío durante 6 horas. Posteriormente se pesó 10 g de muestra y se dispuso en un beaker y se adicionó 100 mL de hexano. Se dispuso en un baño con ultrasonido a temperatura de $40^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ a una frecuencia de 37kHz durante 15 minutos. Se filtró la muestra y nuevamente se repitió el proceso de extracción 4 veces, hasta que el solvente no presentara pigmento. Posteriormente, se transfirió a un balón el solvente con el extracto etéreo a un rotaevaporador para la separación del solvente de la fracción grasa.

Para la determinación de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles se realizaron de acuerdo con la metodología sugerida por Gonzalez-Diaz et al., (2021a), con modificaciones. Los ensayos se realizaron de manera simultánea empleando un Cromatógrafo Líquido de Alta Eficiencia (HPLC) en fase reversa (RP) Hitachi LaCrome Merck D-7000 con detector de diodos (DAD) a una longitud de onda 450 nm y detector de fluorescencia a una longitud de onda de excitación de 290 nm y una longitud de onda de emisión de 330 nm, temperatura del horno a 30°C y columna Chromolith RP – 18 e (100 mm x 4,6 mm) de marca Merck. La fase móvil del sistema fue elución por gradiente de acetonitrilo: agua. Las muestras fueron preparadas realizando el pesaje de 30 ± 10 mg de muestra de aceite y se llevó a aforó con 1,5 mL de 2-propanol (marca PanReac), posteriormente homogenizó en vortex a 3600 rpm y fueron filtrados empleando un filtro de jeringa Millex de $0,22 \mu\text{m}$ de material PVDF (Gonzalez-Diaz et al., 2021a).

Las concentraciones de los isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles presentes en las muestras de aceite fueron reportadas en $\mu\text{g/g}$ de muestra, tomando como base la curva de calibración con patrones de α - β - caroteno y de α -, β -, γ -, δ tocoferoles y α -, β -, γ -, δ tocotrienoles. La determinación fue realizada de acuerdo con el método de la AOCS Official Method Ce 8-89 (AOCS, 2017) (Gonzalez-Diaz et al., 2021a, 2024).

5.4.8 Análisis sensorial

Se realizó un análisis sensorial dirigida a consumidores (hombres y mujeres) entre edades de >18 años y <50 años ($n=59$). Se les proporcionó una muestra de cada uno de los tratamientos (F1, F2, F3 y F4) los cuales fueron codificados de manera aleatoria en donde evaluaron el color, olor, textura y calificación global de las tortas empleando una escala hedónica de 5 puntos.

5.5 Análisis estadístico

Se realizó un análisis de varianza ANOVA de una vía, considerando como factor el porcentaje de adición de UF en la fracción grasa para la formulación de las tortas de zanahoria con un nivel de significancia de 0,05. Para los tratamientos en donde se evidenciaron diferencias significativas, se llevó a cabo un Test de LSD de Fisher. Para el análisis sensorial se realizó un análisis de Kruskal Wallis con relación a las medianas reportadas para cada uno de los atributos evaluados con un nivel de significancia de 0,05. Para estos análisis se emplearon los programas estadísticos Statgraphics Centurión XVI.I y Origin 2023b RS1.

5.6 Resultados y discusiones

5.6.1 Humedad, cenizas, grasa y proteína

Los resultados de la Tabla 5-2 nos muestra que la adición de aceite RBD100%, UF al 50% y al 100% y APC 100% no presentan diferencias significativas con relación a la humedad de las muestras, pero una diferencia con relación a la fracción grasa y contenido de proteínas. En el primero de los casos, el contenido de grasa es igual para todos los tratamientos excepto la formulación con adición del 50% de UF, debido a que el otro 50% corresponde a aceite RBD para completar la totalidad de la fracción grasa y al tener dos muestras de aceite, es posible incurrir a variaciones durante el pesaje de ambos aceites, sin embargo la diferencia de grasa que presenta esta formulación respecto a las muestras F1, F2 y F4 donde sólo hubo una sola fuente de aceite es igual a 0,01%b.s (la diferencia entre 0,28%b.s. – 0,27%b.s.), un valor bajo, lo que permite inferir que los valores de grasa entre los tratamientos fueron muy similares unos de otros.

Tabla 5-2. Determinación de humedad, grasas, proteína y materia orgánica en los diferentes tratamientos de tortas con adición de aceite RBD, UF y aceite crudo OxG.

Tratamiento	Humedad (%b.s.)	Grasas (%b.s.)	Proteína (%)	Materia orgánica (%)	Cenizas (%b.s.)
F1	55,49 ±1,57 ^a	0,27±0,00 ^a	4,61±0,10 ^a	37,39±0,98 ^b	14,38±0,45 ^a
F2	55,56±0,05 ^a	0,28±0,00 ^b	4,52±0,21 ^a	35,48±0,65 ^{ab}	15,52±1,14 ^a
F3	52,82±2,40 ^a	0,27±0,00 ^a	4,60±0,29 ^{ab}	39,66±0,28 ^b	14,36±1,63 ^a
F4	54,89±0,08 ^a	0,27±0,00 ^a	5,01±0,05 ^b	32,52±0,65 ^a	27,73±1,39 ^b

Letras diferentes en sentido vertical, indican diferencias significativas entre los tratamientos evaluados (p<0,05).

Con relación al porcentaje de proteína se evidencia una diferencia significativa entre el contenido proteico de las formulaciones F1, F2 y F3 con respecto a la formulación F4. Esto se debe a que el APC es un aceite crudo que no presenta ningún proceso de refinación y que aún conserva el contenido inicial de fosfolípidos. Estructuralmente los fosfolípidos son diacilglicéridos cuyo glicerol está esterificado a una molécula de ácido fosfórico y que, a su vez, está enlazado a una base nitrogenada (Badui, 2006), por lo cual, como el método de determinación de proteína estima porcentaje de nitrógeno, es posible que el valor obtenido para este tratamiento corresponda al aporte de nitrógeno que presentan los fosfolípidos.

En la Tabla 5-2 también se evidencia que el contenido de cenizas es mayor en la muestra F4 que las formulaciones F1, F2 y F3. Esto se debe que durante el procesamiento de los frutos para la extracción del aceite hay material particulado como arena que puede quedar en el aceite crudo (Rincón & Martínez, 2009). Estos resultados nos muestran que al realizar un proceso de ultrafiltración para la obtención de UF, estas impurezas son retiradas e incluso se ve reflejado en el valor de cenizas de la muestra F1 que corresponde a aceite refinado. Es decir, que la ultrafiltración no solo realiza una remoción de fosfolípidos, sino que adicionalmente retira impurezas de la muestra (Ong et al., 1999b). Por otro lado, el contenido de cenizas también puede obedecer a la presencia de metales que por lo general pueden estar enlazados con los fosfolípidos en el aceite, que son catalizadores de procesos de oxidación (Gharby, 2022).

5.6.2 Determinación de carotenoides totales, tocoferoles y tocotrienoles

Las muestras con la inclusión de sólo aceite RBD (F1) presenta un alto contenido de vitamina E ($712,60 \pm 1,14$ mg/kg), el cual, es similar a los valores reportados para las muestras elaboradas con UF y APC (F2, F3 y F4) (Tabla 5.3). Este resultado puede ser explicado debido a que el aceite de palma después del proceso de refinación conserva aproximadamente el 31,5% de Tocs y T3s (Amado, 2010). Por otro lado, el reporte de carotenoides totales para esta fórmula es de $432,37 \pm 2,60$ mg/kg debido a que el aceite refinado durante blanqueado del aceite, se retira aproximadamente la totalidad de estos compuestos (Amado, 2010a), sin embargo, el reporte para esta formulación podría

140 Evaluación de procesos de ultrafiltración para la valorización de los fitonutrientes del aceite crudo de palma (*E. oleiferaxE. guineensis*) para uso alimentario

obedecer a la presencia de carotenoides provitamina A en ingredientes como harina de trigo, huevos y zanahoria.

Tabla 5-3. Concentración de carotenoides, Tocs y T3s contenidos en la fracción grasa de cada formulación de torta de zanahoria (F1, F2, F3 y F4).

Compuesto	APC	UF	F1	F2	F3	F4
α -caroteno (mg.kg ⁻¹)	401,70±10,43	403,93±3,36	108,34±0,84	217,70±0,14	353,11±1,25	347,86±2,91
β -caroteno (mg.kg ⁻¹)	1199,26±29,59	1208,98±8,68	324,13±1,75	689,13±2,93	1151,21±4,03	1122,47±9,79
Carotenoides totales (mg.kg⁻¹)	1600,96±40,02	1612,91±12,04	432,37±2,60	906,82±3,07	1504,32±5,28	1470,33±12,70
α -Tocoferol (mg.kg ⁻¹)	122,64±7,47	116,42±0,52	127,35±2,13	133,33±0,49	129,01±1,68	137,48±0,55
β + γ -Tocoferol (mg.kg ⁻¹)	2,47±0,01 ^a	2,41±0,00	23,99±0,34	18,94±0,07	14,43±0,42	14,43±0,27
δ -Tocoferol (mg.kg ⁻¹)	23,00±0,00	23,00±0,00	76,50±0,71	80,50±0,71	82,50±0,71	78,50±0,71
α -Tocotrienol (mg.kg ⁻¹)	181,03±9,99	168,81±1,11	153,41±10,29	148,43±0,39	146,70±3,40	149,49±0,56
β + γ -Tocotrienol (mg.kg ⁻¹)	469,09±24,35	423,55±3,25	323,24±2,01	346,71±5,28	364,69±5,17	372,92±0,31
δ -Tocotrienol (mg.kg ⁻¹)	18,83±1,66	15,59±0,40	8,12±0,83	8,63±2,63	9,78±0,32	7,56±0,93
Tocoles (mg.kg⁻¹)	817,05±43,48	739,27±5,97	712,60±1,14	736,64±1,23	747,65±1,30	760,37±1,14
Pérdidas tras proceso de horneado						
Carotenoides totales (%)					6,73±0,37	8,14±0,50
Tocoles (%)					0,00±0,00	0,07±0,00
Retención en el horneado						
Carotenoides totales (%)					93,27±0,37	91,86±0,50
Tocoles (%)					99,99±0,00	99,93±0,00
μg ER/100 g de torta				840,02±6,27*	1739,69±12,99	1726,82±4,31

*Valor calculado con relación al aporte de carotenoides de la fracción grasa que contiene aceite UF.

En la tabla 5-3 se registra un incremento de β + γ -tocoferol y δ -tocoferol en las formulaciones de torta (F1, F2, F3 y F4) con relación a los valores reportados para los aceites: APC y UF, debido, posiblemente a la presencia de estos compuestos en otros ingredientes, por ejemplo, en la yema de los huevos (Baykalir et al., 2020).

La adición tanto de UF como de APC, realiza un aporte de carotenoides provitamina A en las formulaciones, presentando valores de $906,82 \pm 3,07$; $1504,32 \pm 5,28$; $1470,33 \pm 12$ mg/kg respectivamente para las formulaciones F2, F3 y F4 (Tabla 5-3). Los valores de carotenoides obtenidos para las formulaciones donde hubo adición de UF y APC como únicas fuentes grasas (F3 y F4) permitieron estimar el valor de retención de estos compuestos, el cual fue de $93,27 \pm 0,37\%$ y $91,86 \pm 0,50\%$ tras el proceso de horneado.

Con respecto a la retención de tocoferoles y tocotrienoles, la retención fue respectivamente de $99,99 \pm 0,00\%$ y $99,93 \pm 0,00\%$. Esto debido a que la tasa de degradación de carotenoides con relación a los tocoferoles es mayor de acuerdo con los resultados reportados en el Capítulo 3 y 4 (Rada-Bula et al., 2024). Estos resultados se encuentran en coherencia en lo reportado por Loganathan et al. (2020) quienes encontraron una retención del cercana al 100% y 85% respectivamente para carotenoides y tocoles formulados a partir de la adición de oleína de palma roja en la elaboración de cupcakes sometidos a horneado a 180°C durante 20 minutos. Estudios similares en galleta con adición de aceite refinado rojo de palma a condiciones de 150°C y 180°C y tiempos de horneados de 10 y 15 minutos desarrollado por Perez-Santana et al., (2021a) evidenciaron una retención entre el $92,4 \pm 2,4\%$ y $101,9 \pm 4,8\%$ de carotenoides y entre un $99,2 \pm 15,0$ y $101,6 \pm 8,7\%$ de α -tocoferol. Estos altos porcentajes de retención de los compuestos refuerzan la hipótesis relacionada a la sinergia que existe entre los carotenoides Tocs y T3s con actividad protectora que aporta a la estabilidad del aceite de palma (Perez-Santana et al., 2021a; Sampaio et al., 2013).

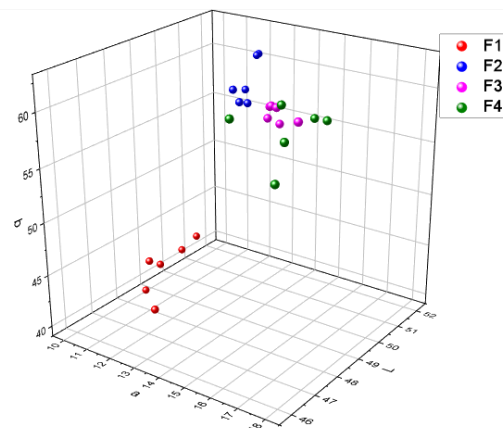
Estos valores de retención, permiten considerar el aporte de μg equivalente de retinol (ER) que realiza la adición del permeado de ultrafiltración a la formulación de la torta. A nivel nacional, la Resolución N°810 (2021) recomienda una ingesta diaria de 300 μg de ER para niños menores de 4 años y de hasta 800 μg de ER en niños mayores de 4 años y adultos. Para este caso, las formulaciones F2 y F3 evidenciaron valores por encima de lo recomendado por la norma, sin embargo, el objetivo de este capítulo era evidenciar si la adición de aceite UF aporta carotenoides, Tocs y T3s en la formulación de tortas y el porcentaje de retención de estos compuestos posterior a un proceso de horneado. Debido a los resultados que evidenciaron una alta retención de fitonutrientes, podría sugerirse un ajuste de la formula, disminuyendo el valor de UF en la mezcla, considerando los valores de μg de ER reportados en este estudio.

5.6.3 Color

La figura 5-2 muestra la influencia de la adición de UF al 50%, UF al 100% y del APC al 100% sobre el color de la torta. Se presentaron valores positivos para el parámetro a^* (tendencia hacia los rojos) en un rango entre $12,96 \pm 0,81$ y $17,33 \pm 0,68$ para las formulaciones F2, F3 y F4 con diferencias significativas entre sí ($p < 0,05$) (Tabla 5-4), siendo proporcional al porcentaje de adición de aceite UF en la torta. Estos valores se encuentran por encima de lo reportado para la muestra F1, cuyo aporte de pigmento se debe en gran medida a la zanahoria y demás ingredientes como harina y azúcar a través de la reacción de Maillard que ocurre durante el horneado ($10,94 \pm 0,97$). Los resultados obtenidos con la adición de aceite UF y APC se encuentran dentro del mismo rango encontrado por Perez-Santana et al., (2021) en la adición de aceite refinado rojo de palma en la elaboración de galletas con rangos entre $12,6 \pm 0,5$ y $14,3 \pm 0,2$.

Por otro lado, el parámetro b^* positivo (tendencia hacia los amarillos) no presentó diferencias significativas en las diferentes fórmulas con adición de aceite UF y APC, pero sí diferencias con relación a la muestra control F1. Los valores obtenidos para las formulaciones F2, F3 y F4 estuvieron en un rango entre $59,81 \pm 0,95$ y $61,17 \pm 1,51$, mientras que estas formulaciones presentaron diferencias significativas ($p < 0,05$) con relación a la muestra control ($42,23 \pm 1,57$).

Figura 5-2. Representación gráfica de las coordenadas L^* , a^* , b^* de cada una de las tortas evaluadas con aceite RBD (F1), UF (F2 y F3) y aceite crudo OxG (F4).



Los puntos de cada color corresponden a las repeticiones ($n=6$) en la toma de mediciones de color en la torta elaborada con cada formulación.

Tabla 5-4. Determinación de humedad, grasas, proteína y materia orgánica en los diferentes tratamientos de tortas con adición de aceite RBD, UF y APC.

	L*	a*	b*	Chroma	ΔE
F1	48,75±1,39 ^b	10,94±0,97 ^a	42,23±1,57 ^a	43,63±1,66 ^a	-
F2	50,37±1,26 ^c	12,96±0,81 ^b	59,81±0,95 ^b	61,21±0,90 ^b	17,84±1,47 ^a
F3	47,43±1,40 ^{ab}	16,19±0,87 ^c	60,94±1,19 ^b	63,06±1,33 ^c	19,60±2,72 ^a
F4	47,04±1,02 ^a	17,33±0,68 ^d	61,17±1,51 ^b	63,58±1,33 ^c	20,21±2,14 ^a

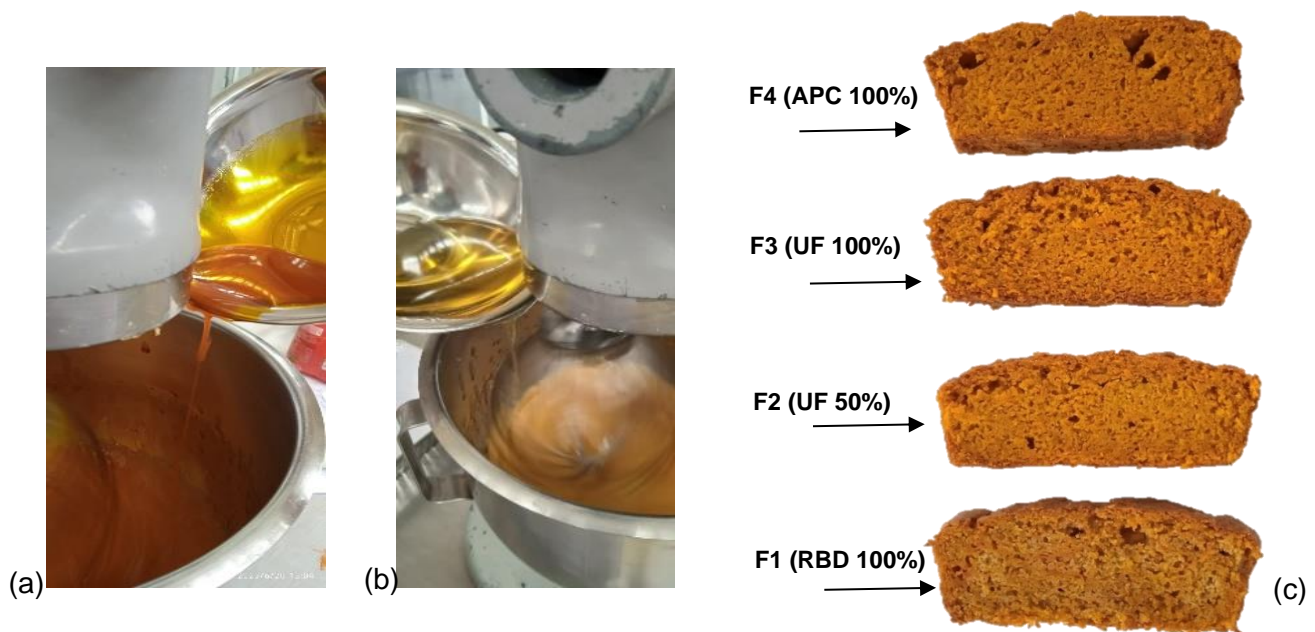
La comparación del ΔE entre las formulaciones F2 (UF 50%), F3 (UF 100%) y F4 (APC 100%) con respecto a la muestra de torta elaborada con aceite RBD (F1). Letras diferentes por columnas, indican diferencias estadísticamente significativas ($p < 0,05$)

Al relacionar estos parámetros para establecer el cálculo de Chroma (intensidad del color) (Pathare et al., 2013; Perez-Santana et al., 2021a) se evidencia un incremento de este parámetro con respecto a la formulación control (F1). Asimismo, los valores de ΔE que corresponde a un parámetro adimensional que relaciona los diferentes parámetros de medición de color (L, a* y b*) que indican la diferencia de color con relación a la muestra control (F1), de acuerdo con Ghendov-Mosanu et al., (2023); Jun et al., (2020); Wibowo et al., (2015), los cambios de ΔE en un rango entre 0,0 y 0,5 indican cambios poco perceptibles, entre 0,5 y 3,0, como cambios apreciables, entre 3,0 y 6,0 como cambios altamente visibles y por encima de 6,0 como cambios. En este caso, los resultados para las formulaciones UF 50%, UF 100% y APC 100%, al presentar valores de 17,84±1,47; 19,60±2,72 y 20,21±2,14 respectivamente, indican cambios significativos de color con respecto a la formulación control, además, los valores presentados no presentan diferencias significativas entre si (Tabla 5-4) por lo que se puede inferir que tanto la adición de UF o APC en la elaboración de tortas de zanahoria, otorga un diferencial de color altamente visible con respecto a la formula control (Figura 5-3).

Estos resultados demuestran que el aceite tanto APC como UF tienen una función tecnológica como pigmento de origen natural el cual podría ser atribuido a la concentración de carotenoides totales reportado en la Tabla 5-3 para las tortas con adición de aceite UF al 50% y al 100% y del APC al 100% (906,82±3,07; 1504,32±5,28; 1470,33±12,70 mg/kg), el cual fue más alto que el reportado para la muestra control (432,37±2,60 mg/kg) y no a la reacción de Maillard propiciado por otros ingredientes como azúcar y harina debido a la

temperatura de horneado, ya que para este caso, el aceite fue el factor evaluado en los diferentes tratamientos, manteniendo los mismos porcentajes de inclusión los demás ingredientes.

Figura 5-3. Adición de aceite: (a) RBD, (b) UF. (c) Fotografía de las diferentes formulaciones realizadas en la experimentación (F1; F2; F3; F4).



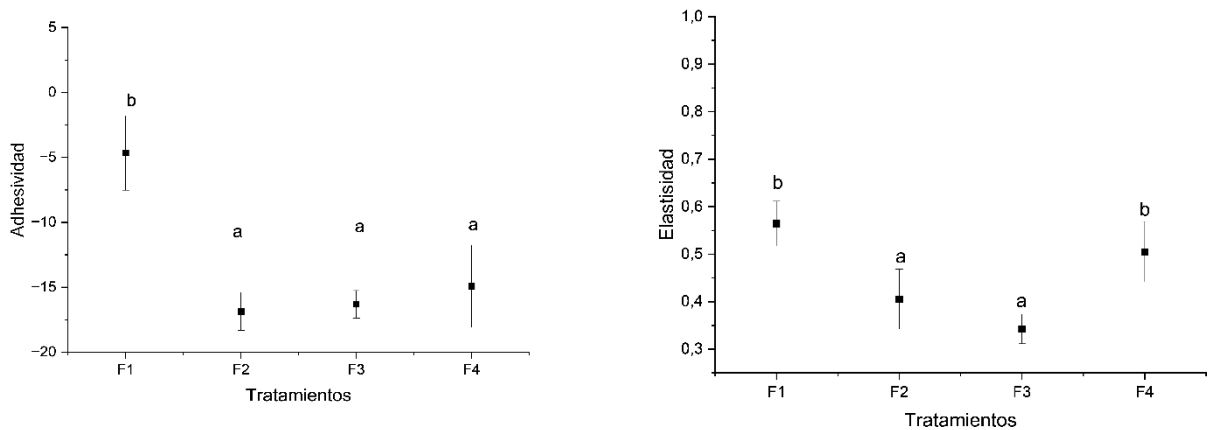
5.6.4 Determinación de textura

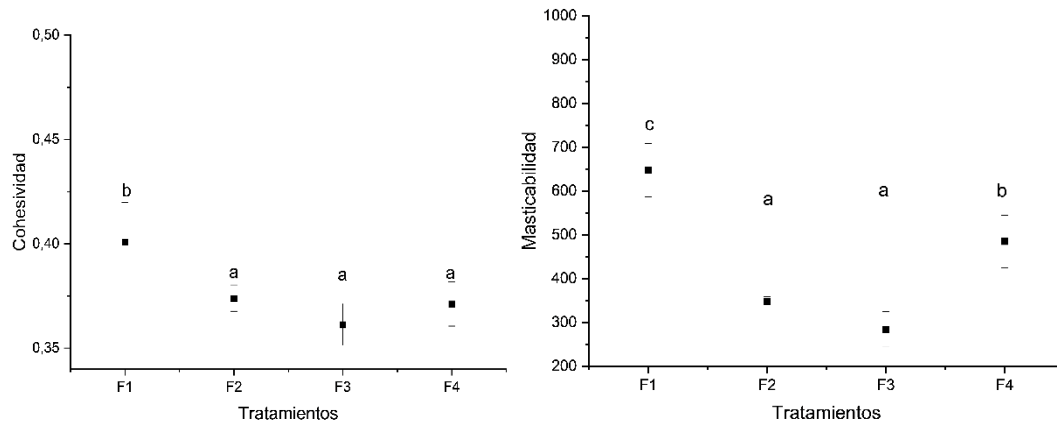
La adición de aceite 50%UF (F2), 100%UF(F3) y 100% APC(F4) tuvo un efecto significativo ($p < 0,05$) sobre características mecánicas de textura de la torta como adhesividad, elasticidad y cohesividad, y también, por consiguiente, en características secundarias como la masticabilidad, el cual es un producto entre la dureza, elasticidad y cohesividad (Garay Quintero, 2017) (Figura 5-4).

Es posible que aspectos como el perfil de ácidos grasos ejerciera un efecto sobre otros parámetros como la adhesividad, elasticidad, cohesividad y masticabilidad de las tortas. Los ácidos grasos cumplen tres funciones importantes en los productos horneados: atrapan el aire durante el proceso de batido, interfieren físicamente con la continuidad de

las partículas de almidón y proteína, y emulsionan el líquido en la formulación (Brooker, 1993). En este caso, las fórmulas F2, F3 y F4 no presentaron diferencias significativas con relación a adhesividad el cual está definida como el trabajo requerido para vencer la fuerza de atracción entre el alimento con respecto a otro material (Szczeniak, 2002) y cohesividad que corresponde al grado en que un material puede deformarse antes de que se rompa(Szczeniak, 2002), los cuales fueron menores en las muestras formuladas con aceite UF y APC. Esto se debe posiblemente a la firmeza de la emulsión de la masa de la torta que pudo ser propiciada en este caso por el perfil de ácidos grasos, considerando que se trata de aceites alto oleico. Aunque estos datos no son concluyentes puesto a que el objetivo de este capítulo fue realizar un primer acercamiento sobre uno de los posibles usos del aceite UF en el desarrollo de alimentos. Sin embargo, para evaluar de manera más detallada el efecto de la concentración el efecto del perfil de ácidos grasos sobre las características de textura en las masas y en las tortas posterior al horneado, se recomendaría, realizar un estudio con más tratamientos de adición de aceite UF y APC en la formulación de tortas. Por otro lado, los resultados de elasticidad, las tortas presentaron diferencias significativas ($p < 0,05$) en estas características, presentando las fórmulas F2, F3, F4 los valores más bajos en estos parámetros con relación a la torta control.

Figura 5-4. Evaluación instrumental de textura de las diferentes muestras de tortas de zanahoria (F1, F2, F3 Y F4).

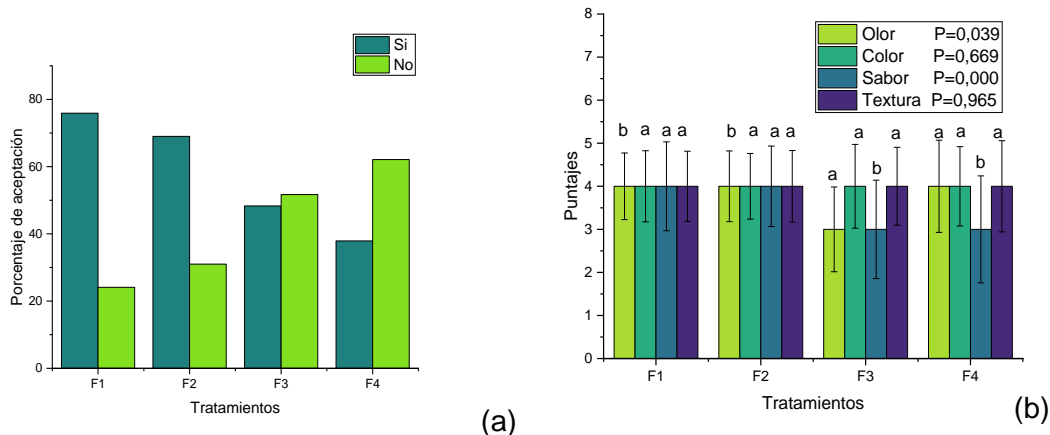




5.6.5 Análisis sensorial

Por orden de aceptación, los consumidores prefirieron la muestra F1 y F2 por encima de las muestras F3 y F4. Este resultado podría explicarse debido al contenido de fosfolípidos presentes en el aceite, siendo mayor en la formulación F4 (Figura 5-5 (a)). Este resultado indica que desde el punto de vista sensorial estos compuestos tienen un efecto importante en la preferencia del consumidor. La Figura 5-5 (b) muestra que atributos como la textura no presentaron diferencias significativas ($p < 0,05$), es decir, que el consumidor no identifica diferencias que tal vez si fueron identificadas instrumentalmente. Con relación al color, pese a que instrumentalmente se evidencia diferencias en el Chroma de los diferentes tratamientos, sensorialmente, los consumidores, al igual que en el caso de la textura, no distinguen estas diferencias y tienen preferencias por cualquiera de las formulaciones con respecto a este parámetro.

Figura 5-5. Evaluación sensorial de consumidores frente a las diferentes formulaciones de torta de zanahoria desarrolladas (F1, F2, F3 y F4).



El olor y sabor de las muestras, se presentaron diferencias significativas entre las diferentes formulaciones ($p < 0,05$). Sin embargo, de la figura 5-5 (b) se aprecia que la formulación F2 presentó el comportamiento más cercano a la muestra control, en donde los consumidores no evidenciaron diferencias. En este sentido, sensorialmente la muestra F2 sería una buena opción para la incorporación de estos fitonutrientes carotenoides, Tocs y T3 en el desarrollo de una torta de zanahoria.

5.7 Conclusiones

Las muestras con adición de UF y APC tuvieron un efecto significativo sobre la concentración de carotenoides totales en estas tortas con respecto a una formulación control elaborada con aceite RBD: $906,82 \pm 3,07$; $1504,32 \pm 5,28$; $1470,33 \pm 12$ mg/kg respectivamente para las formulaciones F2, F3 y F4.

La adición de aceite UF evidenció una función tecnológica como pigmento de origen natural incrementando el parámetro a^* y b^* con respecto a la torta control. Adicionalmente, se demostró que el parámetro a^* (tendencia hacia los rojos) varía de acuerdo al porcentaje

de adición de UF y el parámetro b^* (tendencia hacia los amarillos) no presenta diferencias significativas con respecto al porcentaje de UF incluido en la fórmula.

Instrumentalmente la adición de UF disminuye parámetros como adhesividad, elasticidad y cohesividad de la torta con respecto a la formulación RBD (torta control), sin embargo, desde el punto de vista sensorial, estas variaciones de textura no fueron identificados por los consumidores.

Los resultados evidenciaron que la adición de aceite RBD de palma es una buena fuente de Tocs y T3s, es decir, vitamina E, el cual puede ser comparable con el aporte que realiza el UF y APC, sin embargo, con relación a los carotenoides provitamina A, encontramos que la formulación con RBD presentan una menor concentración estos compuestos con respecto a las formulaciones que presentan adición de UF y APC.

Finalmente, el proceso de horneado a condiciones de 170°C y tiempo de 40 minutos, para este caso, no afecta significativamente la concentración de fitonutrientes presentes en el UF, con una retención de $93,27 \pm 0,37\%$ y $99,99 \pm 0,00\%$ de carotenoides y tocoles respectivamente, lo que lo convierte en una excelente opción como ingrediente de origen natural que aporta compuestos como carotenoides provitamina y vitamina E.

5.8 Bibliografía

Amado, M. A. (2010). Seguimiento a las pérdidas de fitonutrientes durante el proceso de refinación del aceite de palma. Universidad Nacional de Colombia.

AOAC, 920.85-1920. (2005a). Fat (crude) or ether extract in flour. 18th ed.

AOAC, 923.03-1923. (2005b). Ash of Flour. Direct Method. Official methods of analyses of the association of analytical chemists. 18th ed. .

AOAC, 925.10-1925. (2005c). Solids (total) and loss on drying (moisture). Official methods of analyses of the association of analytical chemists. 18th ed. .

AOCS. (1995). Methods and Recommended Practice of the American Oil Chemists´ Society (Fourth edi).

Badui, S. (2006). Química de Alimentos.

Baykalir, Y., Baykalir, Y., Simsek, U. G., & Yilmaz, O. (2020). Age-related changes in egg yolk composition between conventional and organic table eggs. *Agricultural and Fodd Sciene* , 29, 307–317.

Garay Quintero, L. C. (2017). Evaluación funcional y biológica de un compuesto de fibra soluble como sustituto de grasa en productos de panadería. Universidad Nacional de Colombia.

Gharby, S. (2022). Refining vegetable oils: Chemical and physical refining. In *Scientific World Journal* (Vol. 2022). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2022/6627013>

Ghendov-Mosanu, A., Netreba, N., Balan, G., Cojocari, D., Boestean, O., Bulgaru, V., Gurev, A., Popescu, L., Deseatnicova, O., Resitca, V., Socaciu, C., Pinteá, A., Sanikidze, T., & Sturza, R. (2023). Effect of bioactive compounds from pumpkin powder on the quality and textural properties of shortbread cookies. *Foods*, 12(21). <https://doi.org/10.3390/foods12213907>

Gonzalez-Diaz, A., Moreno Velandia, C. A., García-Nuñez, J. A., Martínez-Ramirez, M. C., & Bernal-Villegas, P. M. (2024). Study of the changes in molecular composition of high-oleic palm oil (CoarixLa Mé) before and after physical refining. *Food Bioscience*, 57.

Gonzalez-Diaz, A., Pataquiva-Mateus, A., & García-Núñez, J. A. (2021). Characterization and response surface optimization driven ultrasonic nanoemulsification of oil with high phytonutrient concentration recovered from palm oil biodiesel distillation. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 612. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2020.125961>

Jun, W., Ping, C., Sulaiman, R., Yi, Y., & Hean, G. (2020). Storage stability and degradation kinetics of bioactive compounds in red palm oil microcapsules produced with solution-enhanced dispersion by supercritical carbon dioxide : A comparison with the spray-drying

method. Food Chemistry, 304(August 2019), 125427. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2019.125427>

Loganathan, R., Ahmad, A., Ratna, S., & Kim, T. (2020). Thermal stability and sensory acceptance of cupcakes containing red palm olein. *Journal of Oleo Science*, June, 1–6. <https://doi.org/10.5650/jos.ess19253>

Mahloko, L. M., Silungwe, H., Mashau, M. E., & Kgatla, T. E. (2019). Bioactive compounds, antioxidant activity and physical characteristics of wheat-prickly pear and banana biscuits. *Heliyon*, 5(10). <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e02479>

Ong, K. K., Fakhru'l-Razi, A., Baharin, B. S., & Hassan, M. A. (1999). Degumming of crude palm oil by membrane filtration. *Artificial Cells, Blood Substitutes, and Immobilization Biotechnology*, 27(5–6), 381–385. <https://doi.org/10.3109/10731199909117707>

Pathare, P. B., Opara, U. L., & Al-Said, F. A. J. (2013). Colour Measurement and Analysis in Fresh and Processed Foods: A Review. In *Food and Bioprocess Technology* (Vol. 6, Issue 1, pp. 36–60). Springer Science and Business Media, LLC. <https://doi.org/10.1007/s11947-012-0867-9>

Perez-Santana, M., Cagampang, G. B., Gu, L., MacIntosh, I. S., Percival, S. S., & MacIntosh, A. J. (2021a). Characterization of physical properties and retention of bioactive compounds in cookies made with high oleic red palm olein. *LWT*, 147. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111499>

Perez-Santana, M., Cagampang, G. B., Gu, L., MacIntosh, I. S., Percival, S. S., & MacIntosh, A. J. (2021b). Characterization of physical properties and retention of bioactive compounds in cookies made with high oleic red palm olein. *LWT*, 147. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2021.111499>

Rada-Bula, A., Iqbal-Sandoval, M., Gonzalez-Diaz, A., Mondragón-Serna, A., Baena-Santa, M. A., Garcia-Nunez, J., Fontalvo, J., & Díaz-Moreno, C. (2024). Compositional characteristics and shelf life of interspecific hybrid palm oil (*E. oleiferaxE. guineensis*). *Food Packaging and Shelf Life*, 42, 101240.

Resolución N°810 de. (2021). Por la cual se establece el reglamento técnico sobre los requisitos de etiquetado nutricional y frontal que deben cumplir los alimentos envasados o empacados para consumo humano.

Rincón, S., & Martínez, D. (2009). Análisis de las propiedades del aceite de palma en el desarrollo de su industria. *Revista Palmas*, 30(2), 11–24.

Sampaio, K., Ayala, J., Silva, S. M., Ceriani, R., & Meirelles, A. J. A. (2013). Thermal degradation kinetics of carotenoids in palm oil. 191–198. <https://doi.org/10.1007/s11746-012-2156-1>

Szczesniak, A. S. (2002). Texture is a sensory property. *Food Quality and Preference*, 13, 215–225. www.elsevier.com/locate/foodqual

Wibowo, S., Vervoort, L., Tomic, J., Santiago, J. S., Lemmens, L., Panozzo, A., Grauwet, T., Hendrickx, M., & Van Loey, A. (2015). Colour and carotenoid changes of pasteurised orange juice during storage. *Food Chemistry*, 171, 330–340. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.09.007>

6. Conclusiones y recomendaciones

6.1 Conclusiones

6.1.1 Objetivo 1

Primeramente, esta investigación hace un acercamiento hacia el conocimiento del aceite de palma crudo proveniente del híbrido interespecífico *E. oleiferaxE. guineensis*, provenientes de la zona norte y de la zona oriental del país y su viabilidad en el uso como ingrediente de origen natural para la formulación de alimentos.

La caracterización de las diferentes muestras recolectadas evidenció en el aceite proveniente del híbrido, mayores concentraciones de carotenoides con relación a valores reportados en literatura con relación a la especie *E. guinnensis* o incluso *E. oleifera*, estando en un rango entre entre $604,12 \pm 3,85\text{mg/kg}$ y $865,63 \pm 14,9 \text{ mg/kg}$ y una concentración de tocoferoles y tocotrienoles cercanos a los valores reportados tanto para híbrido como para sus parentales entre $381,36 \pm 3,92 \text{ mg/kg}$ y $796,76 \pm 8,65 \text{ mg/kg}$ y con valores de índice de peróxidos, humedad, DOBI dentro de los rangos exigidos dentro de la normatividad.

Cabe resaltar, que cada muestra evaluada a lo largo de toda la investigación presentó una concentración específica de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles lo que permite inferir que cada caracterización que se realice de aceite crudo de palma obedecerá a condiciones intrínsecas de la palma y del fruto de donde procede la muestra, así como las condiciones de procesamiento. En este sentido, al desarrollarse cada capítulo con una nueva recolección de muestra, los resultados indican que cada muestreo tiene una concentración específica de fitonutrientes, sin embargo, la investigación evidencia el aprovechamiento de estos recursos dentro de la industria alimentaria, considerando el alto valor biológico y nutricional de estos compuestos.

6.1.2 Objetivo 2

Los ensayos de ultrafiltración permitieron evidenciar la separación de los fosfátidos de las muestras de aceite tanto con la membrana de PES como con la membrana de PVDF con valores máximos de remoción de fosfátidos de hasta 77,33% y 91,29%, respectivamente. Siendo la condición más adecuada a $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y 875 kPa de presión transmembranaria. Estas condiciones fueron seleccionadas, considerando no sólo el porcentaje de retención de fosfátidos en las membranas y el performance de cada una de éstas, sino, además, teniendo en cuenta la estabilidad del aceite crudo del híbrido a las mismas temperaturas de ultrafiltración propuestas en la investigación: $40^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $50^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$. Bajo estas condiciones, se evidenció que tanto los carotenoides, como tocoferoles y tocotrienoles inician un proceso de degradación a partir de $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$.

Adicionalmente, durante el proceso de ultrafiltración se mantuvieron los parámetros de calidad, como ácidos grasos libres e índice de peróxidos por debajo del rango máximo exigido en la normatividad en el permeado.

6.1.3 Objetivo 3

Una vez obtenidas estas condiciones, los ensayos de estabilidad nuevamente propuestos para el aceite crudo de palma y el permeado de ultrafiltración a temperaturas mayores: $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$, $70^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ y $80^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ evidenciaron degradación de todos los grupos de compuestos, pudiéndose estimar el orden de reacción correspondiente. En este caso, se evidencia que los carotenoides presentan una mayor tasa de degradación que los tocoferoles y tocotrienoles, siguiendo mayormente un orden de reacción de 0 para las muestras de aceite crudo y de orden 1 para las muestras de ultrafiltración. Así mismo, bajo estas condiciones de experimentación, se evidencia que a $60^{\circ}\text{C}\pm 1^{\circ}\text{C}$ el α -tocoferol presenta menor variación en su concentración a lo largo del tiempo con respecto a otros isómeros presentes en la muestra. Cada isómero de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles presenta una tasa de degradación específica, resultado que va de acuerdo con lo reportado en la literatura y que tanto las muestras de aceite crudo como las muestras de permeado de ultrafiltración presentaron valores similares en los parámetros fisicoquímicos evaluados en el tiempo.

6.1.4 Aplicaciones del permeado de ultrafiltración en el desarrollo de un producto alimenticio

El desarrollo de un producto alimenticio, en este caso, un producto horneado permitió estudiar la estabilidad del permeado de ultrafiltración con relación al uso del aceite crudo y aceite refinado de palma para esta finalidad. Los resultados evidenciaron que el permeado de ultrafiltración presentó una mayor aceptación sensorial con relación a la formulación que contenía aceite crudo de palma, posiblemente debido a la ausencia en este caso de fosfátidos que pudieran intervenir en este aspecto. Así mismo, la adición del permeado de ultrafiltración tuvo otras aplicaciones, como, por ejemplo, pigmento natural. Los resultados mostraron valores de Chroma y del parámetro a^* por encima de lo encontrado para la formulación control. También se evidenció que la ultrafiltración no sólo removi6 los fosfátidos del aceite crudo, sino que además se evidencia la remoci6n de material inorgánico, el cual, podría corresponder a metales adquiridos posiblemente durante el procesamiento del aceite en la planta de beneficio y que esta condici6n, adem6s, contribuye a la estabilidad del permeado de ultrafiltraci6n. En este caso, el 99,99% de la concentraci6n de tocoferoles y tocotrienoles se mantuvieron tras el horneado, mientras que para el caso de los carotenoides, la retenci6n fue del 93%.

Por 6ltimo, el desarrollo de esta investigaci6n, adem6s de general un valor agregado a la cadena de palmicultores a nivel nacional, en especial al aceite del h6brido interespecifico OxG como alternativa de ingrediente en la industria alimentaria, abre la posibilidad de explorar una l6nea de valor dentro del procesamiento de los racimos fruto de palma de aceite en las plantas de beneficio del fruto de palma de aceite. As6 mismo el prototipo de sistema de membranas tipo *Dead End* desarrollado en esta investigaci6n en TRL 4, permiti6 tener un acercamiento inicial sobre los usos y beneficios de la ultrafiltraci6n como tecnolog6a verde dentro de los pasos de refinaci6n del aceite, quedando un panorama amplio para el estudio con otros materiales de membranas e incluso modelos de prototipo que permitan a futuro el escalamiento de esta tecnolog6a en plantas de beneficio del fruto de palma de aceite y refinadoras, considerando que esta 6rea de estudio a6n ha sido poco explorada. Adicionalmente, como parte de este proceso tecnol6gico, se genera un

subproducto que puede ser estudiado tener una función tecnológica como emulsificante en el desarrollo de productos alimenticios.

6.2 Recomendaciones

A partir de esta investigación se realizan las siguientes recomendaciones:

- Proyectar un escalamiento del proceso de ultrafiltración y por consiguiente, avanzar en el grado de madurez tecnológica del prototipo de sistema de filtración a través del uso de membranas poliméricas, en este sentido, se recomienda ensayar otros materiales de membrana, incluso, modificaciones de la superficie de éstas para mejorar la retención de fosfátidos de las muestras de aceite.
- Ensayar presiones más altas y umbrales de corte más bajos, que permitan incluso la separación simultánea de fosfátidos y ácidos grasos libres, de tal manera que se estén realizando al mismo tiempo un desgomado y parte de la deacidificación del aceite.
- Realizar ensayos de vida útil de la membrana, mecanismos de limpieza químicos y evaluar para estos casos los flux de permeado y la eficiencia sobre la retención de fosfátidos.
- Establecer experimentaciones de aplicación del permeado de ultrafiltración en diferentes matrices alimenticias, a fin de conocer la estabilidad de los fitonutrientes frente a diferentes operaciones unitarias, para poder complementar de manera efectiva la proyección de escalabilidad de esta tecnología en la cadena de la palma de aceite.
- Estudiar la viabilidad de los fosfolípidos y su viabilidad como emulsificantes en la industria alimentaria, generándose otra línea de valor agregado dentro del procesamiento del aceite de palma.

A. Anexo A: Divulgación de resultados

Durante la vigencia del proyecto de investigación se ha podido participar en eventos de divulgación y se ha tenido un producto académico publicado, como se relaciona a continuación:

- **“OXIDATIVE STABILITY AND SHELF LIFE OF DEGUMMED HIGH OLEIC PALM OIL (*E. oleiferaxE. guineensis*) OBTAINED BY ULTRAFILTRATION POLYMERIC MEMBRANE”**. Adriana Rada–Bula, Alexis Gonzalez- Diaz, Mary Luz Olivares Tenorio, Jesus García-Nunez, Diana Cristina Moncayo-Martinez, Javier Fontalvo, Consuelo Díaz-Moreno. Poster. 11° Shelf Life International Meeting. May 2024.
- **“COMPOSITIONAL CHARACTERISTICS AND SHELF-LIFE OF INTERSPECIFIC HYBRID PALM OIL (*E. oleiferaxE. guineensis*)”**. Adriana Rada–Bula, Mohammed Iqbal-Sandoval, Alexis González- Díaz, Alexandra Mondragón-Serna, María Andrea Baena-Santa, Jesús García-Núñez, Javier Fontalvo-Alzate, Consuelo Diaz-Moreno. Oral presentation. 10° Shelf Life International Meeting. November 2022.
- **“COMPOSITIONAL CHARACTERISTICS AND SHELF-LIFE OF INTERSPECIFIC HYBRID PALM OIL (*E. oleiferaxE. guineensis*)”**. Adriana Rada–Bula, Mohammed Iqbal-Sandoval, Alexis González- Díaz, Alexandra Mondragón-Serna, María Andrea Baena-Santa, Jesús García-Núñez, Javier Fontalvo-Alzate, Consuelo Díaz-Moreno. *Food Packaging and Shelf Life*. [10.1016/j.fpsl.2024.101240](https://doi.org/10.1016/j.fpsl.2024.101240).
- **"MEMBRANE TECHNOLOGIES IN THE OIL INDUSTRY AND THE POTENTIAL APPLICATION FOR THEIR RECOVERY OF PHYTONUTRIENTS FROM PALM OIL"** Adriana Isabel Rada-Bula; Jesús Alberto García-Nuñez; Carlos Jesús Muvdi-

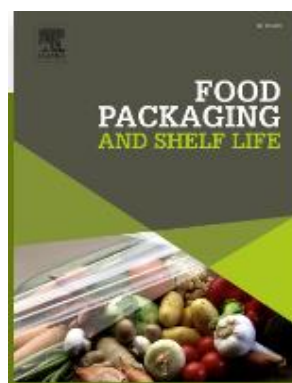
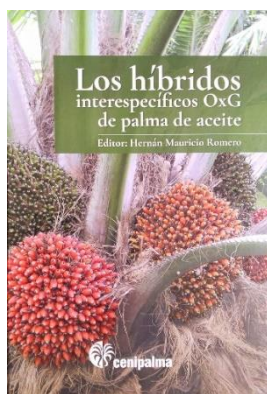
Nova And Consuelo Díaz-Moreno. Journal of Oil Palm Research. Journal of Oil Pam Research. DOI: <https://doi.org/10.21894/jopr.2022.0069> . Octubre 2022.

- **“VALORIZACIÓN DE LOS FITONUTRIENTES DEL ACEITE DE PALMA CRUDO DEL HÍBRIDO INTERESPECÍFICO *E. oleiferaxE. guinnensis* A TRAVÉS DEL USO DE LAS TECNOLOGÍAS DE MEMBRANAS COMO MECANISMO DE SEPARACIÓN DE BIOCMPUESTOS: CARACTERIZACIÓN DE APC Y PUESTA A PUNTO PREPARATIVO DE MUESTRAS”**. Adriana Rada–Bula, Javier Fontalvo-Alzate, Alexis González- Díaz, Alexandra Mondragón-Serna, María Andrea Baena-Santa, Jesús García-Núñez, Consuelo Diaz-Moreno. Poster presentation. 20th International Oil palm Conference. September 2022.

Contribuciones en capítulos de libro relacionados al tema de investigación:

- Mary-Luz Olivares-Tenorio, Claudia-Marcela Cortes-Prieto, Natalia-Carolina Londono, Dalí-Aleixandra Rojas-Díaz, Maria-Ximena Quintanilla-Carvajal, Liceth-Nathalia Tibaquira-Perez, Leidy-Yineth Ricaurte-Puentes, **Adriana-Isabel Rada-Bula**, Hernan-Mauricio Romero, Jesus-Alberto Garcia-Nunez. (2024). **BIOACTIVE COMPOUNDS IN PALM OIL: A COMPREHENSIVE REVIEW OF RECENT ADVANCES IN PHYSICOCHEMICAL CHARACTERISTICS, HEALTH-PROMOTING PROPERTIES AND TECHNOLOGIES FOR EXTRACTION, CONCENTRATION, FRACTIONATION, ENCAPSULATION AND FUNCTIONAL FOOD APPLICATIONS.** *Journal of Food Composition and Analysis*. <https://doi.org/10.1016/j.jfca.2024.106306>.
- González Díaz, A., Ayala Díaz, I., Díaz Rangel, C., **Rada Bula, A.**, Chaparro Triana, D., Varón Cárdenas, D., García Nuñez, J., & Mauricio Romero, H. (2023). **CAPÍTULO XVII. CALIDAD Y POTENCIALES USOS DEL ACEITE DE PALMA EXTRAÍDO DE CULTIVARES HÍBRIDOS INTERESPECÍFICOS OXG.** In *Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite* (Vol. 1, pp. 503–552). Cenipalma.

- Mondragón Serna, A., García Núñez, J., Baena Santa, M. A., Gonzalez Díaz, A., & Rada Bula, A. (2023). **CAPÍTULO XVIII. ASPECTOS NUTRICIONALES Y BENEFICIOS SOBRE LA SALUD HUMANA DEL CONSUMO DE ACEITE DE PALMA EXTRAÍDO DE LOS CULTIVARES HÍBRIDOS INTERESPECÍFICOS OXG.** In *Los híbridos interespecíficos OxG de palma de aceite* (Vol. 1, pp. 503–552). Cenipalma.



B. ANEXO B. Concentración de isómeros de carotenoides, tocoferoles y tocotrienoles en las corrientes de alimentación y permeado durante la ultrafiltración del aceite crudo empleando membranas de PVDF y PES.

Tabla B-1. Concentración de cada uno de los isómeros de carotenoides, Tocs y T3s evaluados en el alimento y en el permeado durante el proceso de ultrafiltración empleando membrana de PVDF.

	Compuesto	α -caroteno	β -caroteno	Carotenoides totales*	α -tocoferol	β + γ -tocoferol	δ -tocoferol	Alfa tocoferol	β + γ -tocotrienol	δ -tocotrienol	Tocoles**
T1	Alimento	202,11 \pm 1,022	606,34 \pm 3,06	808,82 \pm 3,57	21,88 \pm 1,09	423,31 \pm 7,59	139,65 \pm 3,95	n.d	3,55 \pm 0,19	197,87 \pm 4,62	786,26 \pm 17,45
	Permeado	198,97 \pm 2,06	596,93 \pm 6,18	795,17 \pm 7,21	19,36 \pm 0,31	425,16 \pm 10,08	141,96 \pm 4,48	n.d	3,70 \pm 0,12	200,04 \pm 6,17	790,25 \pm 20,55
T2	Alimento	211,43 \pm 0,06	634,29 \pm 0,17	845,72 \pm 0,23	15,63 \pm 1,28	439,87 \pm 9,02	169,2 \pm 1,63	n.d	3,67 \pm 0,11	206,00 \pm 2,68	834,21 \pm 6,79
	Permeado	193,01 \pm 14,86	579,04 \pm 44,57	772,06 \pm 59,43	12,69 \pm 5,11	431,42 \pm 0,28	168,45 \pm 5,48	n.d	3,71 \pm 0,49	204,63 \pm 5,69	820,89 \pm 1,60
T3	Alimento	209,75 \pm 3,76	629,25 \pm 11,29	839,00 \pm 15,06	15,63 \pm 0,97	427,21 \pm 9,02	159,44 \pm 2,65	n.d	3,48 \pm 0,10	192,22 \pm 2,53	796,29 \pm 15,07
	Permeado	198,36 \pm 20,91	595,07 \pm 32,74	793,42 \pm 33,66	15,63 \pm 0,73	433,43 \pm 6,47	161,59 \pm 2,22	n.d	3,53 \pm 0,09	190,22 \pm 3,93	806,39 \pm 13,26
T4	Alimento	214,57 \pm 0,58	643,72 \pm 1,75	858,29 \pm 2,33	16,52 \pm 0,64	431,62 \pm 4,48	159,91 \pm 2,13	n.d	3,44 \pm 0,27	194,40 \pm 1,49	805,89 \pm 7,72
	Permeado	209,23 \pm 2,31	627,68 \pm 6,94	836,91 \pm 9,26	14,96 \pm 1,65	415,74 \pm 3,50	152,35 \pm 0,73	n.d	3,53 \pm 0,29	185,76 \pm 1,34	772,33 \pm 6,93
T5	Alimento	188,93 \pm 2,47	566,80 \pm 7,40	754,86 \pm 8,63	9,86 \pm 1,77	352,63 \pm 7,23	139,17 \pm 3,60	n.d	3,25 \pm 0,00	1,69,43 \pm 3,76	674,34 \pm 16,37
	Permeado	214,13 \pm 2,62	642,39 \pm 7,87	856,52 \pm 10,50	13,91 \pm 0,99	3,87,82 \pm 13,29	149,41 \pm 1,93	n.d	3,17 \pm 0,00	182,57 \pm 1,93	736,87 \pm 18,14
T6	Alimento	189,41 \pm 11,11	568,22 \pm 333,33	757,63 \pm 44,45	15,63 \pm 0,54	393,74 \pm 5,68	142,86 \pm 0,79	n.d	3,87 \pm 0,04	195,31 \pm 1,68	751,42 \pm 8,73
	Permeado	194,60 \pm 10,45	583,80 \pm 31,36	778,40 \pm 41,81	18,10 \pm 1,30	401,94 \pm 10,00	142,45 \pm 1,82	n.d	3,56 \pm 0,05	197,59 \pm 2,50	763,64 \pm 15,66
T7	Alimento	200,43 \pm 3,26	601,29 \pm 9,79	801,72 \pm 13,06	20,20 \pm 1,08	422,96 \pm 11,94	142,61 \pm 3,05	n.d	3,70 \pm 0,10	202,14 \pm 3,34	791,61 \pm 19,31
	Permeado	200,91 \pm 2,26	602,74 \pm 6,77	803,65 \pm 9,02	20,44 \pm 1,17	427,62 \pm 4,18	145,59 \pm 2,84	n.d	3,65 \pm 0,26	204,82 \pm 2,38	802,13 \pm 8,49
T8	Alimento	196,61 \pm 0,24	589,84 \pm 0,72	786,54 \pm 0,84	20,33 \pm 0,13	417,56 \pm 1,23	137,16 \pm 0,07	n.d	3,59 \pm 0,02	196,49 \pm 0,33	775,14 \pm 0,86
	Permeado	195,86 \pm 0,71	587,59 \pm 2,14	783,21 \pm 2,50	20,64 \pm 1,46	412,07 \pm 0,90	130,77 \pm 6,06	n.d	3,58 \pm 0,08	194,79 \pm 1,26	761,86 \pm 2,52

*Carotenoides totales como la suma de α - y β - caroteno. **Tocoles como la suma de la concentración de todos los isómeros de tocoferoles y tocotrienoles (mg.kg⁻¹). A y P corresponden a alimento y permeado respectivamente. n.d.=no detectado.

Tabla B-2. Concentración de cada uno de los isómeros de carotenoides, Tocs y T3s evaluados en el alimento y en el permeado durante el proceso de ultrafiltración empleando membrana de PES.

		α -caroteno	β -caroteno	Carotenoides totales*	α -tocoferol	β + γ -tocoferol	δ -tocoferol	Alfa tocoferol	β + γ -tocotrienol	δ -tocotrienol	Tocoles**
T1	Alimento	187,51±0,58	562,53±34,91	750,04±46,55	16,55±0,10	387,82±0,55	140,62±0,42	n.d	3,38±0,11	193,62±0,55	741,98±0,63
	Permeado	188,88±0,59	566,65±1,79	755,53±2,39	16,28±0,23	373,33±4,38	130,97±4,76	n.d	3,35±0,05	182,45±6,22	706,38±15,19
T2	Alimento	207,80±1,60	623,41±4,79	831,22±6,38	12,34±1,39	428,58±2,51	169,85±2,19	n.d	4,02±0,26	210,93±2,63	825,73±6,19
	Permeado	225,14±18,55	675,43±55,65	900,57±74,20	16,45±1,09	460,33±32,91	179,20±12,20	n.d	3,73±0,24	219,78±16,12	879,50±63,30
T3	Alimento	199,59±0,58	598,76±1,75	798,35±2,33	18,69±0,04	419,61±6,64	150,33±2,79	n.d	3,78±0,32	209,61±4,50	802,03±14,21
	Permeado	199,10±1,18	597,31±3,54	796,41±0,24	19,24±0,87	425,58±6,10	152,26±1,41	n.d	3,78±0,09	213,92±3,14	814,79±11,44
T4	Alimento	195,41±4,76	586,23±14,27	781,64±19,03	15,17±0,34	385,07±12,94	140,24±5,73	n.d	3,56±0,16	196,31±7,33	740,35±26,49
	Permeado	197,32±0,99	591,97±2,96	789,30±3,95	17,38±0,37	396,49±1,03	142,92±0,61	n.d	3,52±0,01	200,28±0,79	760,59±2,80
T5	Alimento	210,37±0,13	631,12±0,40	841,49±0,53	13,48±0,33	436,69±0,94	173,89±0,38	n.d	3,78±0,09	214,71±0,96	842,55±1,10
	Permeado	210,45±0,57	631,35±1,70	841,80±2,27	11,93±0,03	434,30±1,86	173,60±0,81	n.d	3,97±0,06	213,90±0,26	837,70±0,76
T6	Alimento	189,41±11,11	568,22±33,33	757,63±44,45	15,63±0,54	393,74±5,68	142,86±0,79	n.d	3,87±0,04	195,31±1,68	751,42±8,73
	Permeado	194,60±10,45	583,80±31,36	778,40±41,81	18,10±1,30	401,94±10,00	142,45±1,82	n.d	3,56±0,05	197,59±2,50	763,64±15,66
T7	Alimento	211,82±1,03	635,46±3,08	847,28±4,11	14,87±0,97	433,33±3,74	172,17±2,44	n.d	3,68±0,06	210,32±1,48	834,37±6,76
	Permeado	211,33±0,48	634,00±1,44	845,34±1,92	15,33±0,06	431,50±3,89	170,77±2,04	n.d	3,60±0,10	210,14±2,71	831,35±8,69
T8	Alimento	189,15±3,00	567,46±8,99	756,61±11,99	19,73±0,63	418,84±8,54	148,15±2,16	n.d	3,69±0,03	210,74±2,57	801,55±1,10
	Permeado	193,96±0,27	581,89±0,80	775,86±1,07	19,37±0,83	435,28±0,35	155,03±0,57	n.d	4,02±0,11	221,22±1,50	837,70±0,76

*Carotenoides totales como la suma de α - y β - caroteno. **Tocoles como la suma de la concentración de todos los isómeros de tocoferoles y tocotrienoles (mg.kg⁻¹). A y P corresponden a alimento y permeado respectivamente. n.d.=no detectado.