

R 11777

i 19838530

UNIVERSIDAD DE SEVILLA  
=====

X / 954

DOCTORADO EN CIENCIAS - SECCION DE QUIMICAS

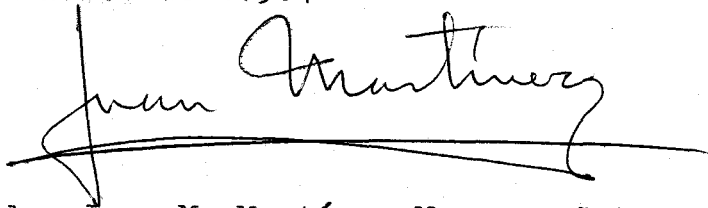
CONTRIBUCIÓN AL ESTUDIO DE LA REOLOGÍA DE LA

EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE OLIVA

Trabajo que para optar al grado de Doctor presenta el Licenciado Juan Pereda Marín.

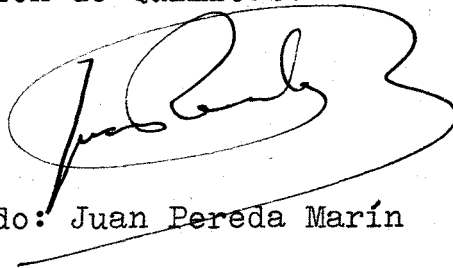
Sevilla, Abril de 1.964

Esta TESIS ha sido leída y revisada  
en Abril de 1.964



Fdo: Juan M. Martínez Moreno. Cate--  
drático de Química Técnica de la Fa-  
cultad de Ciencias de la Universidad  
de Sevilla.

Memoria presentada para aspirar al  
grado de Doctor en Ciencias, Sec-  
ción de Químicas.



Fdo: Juan Pereda Marín

PARTE II

## PARTE EXPERIMENTAL

A.- Aparatos y técnicas . . . . .	pág.	64
B.- Resultados experimentales		
Viscosidad y composición de alpechines . .	"	76
Estimación de la viscosidad intrínseca . .	"	90
Viscosidad y composición de aceites . . . .	"	94
Carácter reológico de aceites y alpechines.	"	97
Estimación de la "solicitud" aplicada .	"	98
Operaciones de prensada por centrifugación.	"	100
Ensayos de remolido . . . . .	"	105
Operaciones de prensada en almazara . . . .	"	106
Distribución de esfuerzos mecánicos durante la prensada . . . . .	"	108
Operaciones en prensa de Laboratorio . . . .	"	109
Análisis de orujo de almazara . . . . .	"	114

PARTE III

## DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

## A.- Viscosidad

Existencia de una filtración selectiva de - coloides . . . . .	"	118
Correlación entre la viscosidad del alpe- - chín y su concentración en coloides . . . . .	"	119
Estimación de la viscosidad intrínseca de - un alpechín . . . . .	"	121
Coexistencia en una pasta de dos tipos de - alpechín . . . . .	"	123

## B.- Filtración

Prensado de aceitunas y filtración . . . .	pág.	127
Comparación entre los parámetros de la - - ecuación y las características de las pas- tas . . . . .	"	129
Comparación con el modelo analógico mecáni- co . . . . .	"	133
C.- Distribución de las "solicitaciones" en - los cargos . . . . .	"	136

PARTE IV

MÉTODO RÁPIDO PARA ESTIMAR LOS RENDIMIENTOS . . . . .	"	141
---	---	-----

PARTE V

CONCLUSIONES . . . . .	"	148
------------------------	---	-----

PARTE VI

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS. . . . .	"	150
-------------------------------------	---	-----

## A G R A D E C I M I E N T O

=====

Al Excmo. Sr. D. Juan M. Martínez Moreno, Catedrático de Química Técnica y Director del Instituto de la Grasa y sus Derivados de Sevilla, actual Director General de Enseñanza Universitaria, bajo cuya dirección se han desarrollado los trabajos de esta Tesis.

Al Prof. D. Antonio Civit, Catedrático de Electricidad de la Universidad de Sevilla, y a su colaborador, Dr. Zamora Carranza, por su eficaz intervención en la construcción del modelo analógico eléctrico; al Prof. D. Arturo Maimoni, de Berkeley, por sus sugerencias al desarrollo e interpretación de los ensayos; al Prof. M. Loncin, de Bruselas, por la bibliografía enviada; y al Prof. Oliveros de Sevilla, por su asesoramiento en la parte matemática.

A la Srta. Cinta Espuny y a los Sres. Caravaca, Cortés, Ferre, Flores, Fonto y Navarro, de la Cátedra de Química Técnica de la Universidad de Sevilla; y al Dr. Eldiberto Fernández Alvarez, del Instituto "Alonso Barba", de Madrid, por su colaboración en los trabajos experimentales.

A las Srtas. Carmen Janer y Mercedes Navas y a los Sres. Fernández Díez, Gómez Herrera y Martínez Suárez, del Instituto de la Grasa y sus Derivados por la valiosa colaboración e inestimable ayuda prestadas. Al Sr. Navarro, Encargado de la Almazara Experimental de dicho Instituto, por las facilidades ofrecidas durante el transcurso de las experiencias a escala industrial.

Al Dr. Villalobos que, en cuantas ocasiones fué necesario, autorizó la toma de muestras en la almazara de su propiedad, en Santiponce, (Sevilla).

Al Fondo Nacional para el Fomento de Igualdad de Oportunidades, por la Beca concedida.

A las Empresas extranjeras "Armour Chemical Industries Ltd.", de Londres; Societé Tensia S.A.", de Lieja; y "3M Company, Chemical División", de St. Paul, Minn., por las muestras de agentes tensioactivos facilitadas.

A todos, mi más profundo y sentido reconocimiento

= = = = =

N O M E N C L A T U R A

=====

Para facilitar la lectura del presente trabajo, a continuación se presenta una relación de las palabras técnicas más usuales en el lenguaje de almazara, así como de aquéllas que tienen una significación especial en el mismo.

- ACEITE DE ORUJO.- Aceite extraído del orujo con disolvente.
- ALPECHÍN.- Fase acuosa contenida en el mosto.
- ATROJADO.- Almacenamiento al aire ambiente de las aceitunas ya recolectadas.
- CAPACHOS.- Discos, generalmente de esparto, con un orificio central y un reborde exterior reforzado, entre los que se coloca la pasta.
- CARGO.- Superposición de capachos entre los que va colocada la pasta de aceitunas.
- HUMEDAD.- Cantidad de agua separada de una muestra de orujo que deje un residuo final, seco y desgrasado, de 100 g.
- MOSTO.- Líquidos separados de la pasta durante la prensada.
- ORUJO.- Torta sólida resultante de la prensada.
- ORUJO AGOTADO.- Aquél que no cede más mosto por prensada.
- PASTA.- Producto resultante de la molienda de las aceitunas.
- RIQUEZA GRASA.- Cantidad de grasa separada de una muestra de orujo que deje un residuo final, seco y desgrasado, de 100 g.

## I N T R O D U C C I Ó N

=====

Para estudiar los problemas de la extracción del aceite de oliva, se organizaron en 1955 dos grupos de trabajo, uno de la Cátedra de Química Técnica de la Universidad de Sevilla y otro del Instituto de la Grasa, que habrían de desarrollar un plan coordinado de investigación.

La primera etapa de este plan estuvo dedicada al estudio del poder emulsionante del alpechín (agua de vegetación de la aceituna), con miras a resolver el problema de la recuperación del aceite que éste arrastra consigo.

Sus trabajos fundamentales se desarrollaron en los años 1955-59, demostrándose que la incorporación de ciertos tensioactivos al alpechín anula su poder emulsionante para el aceite.

La segunda etapa estuvo dedicada al estudio de la mejora de los rendimientos de extracción del aceite de oliva mediante aditivos. Se desarrolló en los años 1959-61, contándose con el importante apoyo económico que supuso la concesión de la "Ayuda de la Fundación Juan March", de 1959, para Aplicaciones Técnicas e Industriales, demostrándose el efecto favorable que la incorporación de ciertos tensioactivos a las llamadas pastas "difíciles" produce en sus rendimientos en aceite.

Los objetivos prácticos de estas dos etapas no han sido alcanzados de una forma completa, a causa de la incertidumbre sobre el comportamiento dietético de las materias lipídicas, distintas de los componentes del auténtico aceite de oliva vírgen, que puedan separar los productos superficialmente activos.

La interpretación físico-química de los resultados de las investigaciones anteriores ha llevado a la conclusión de que,

efectos similares a los de la incorporación de tensioactivos sin temor de alterar las cualidades organolépticas, bioquímicas y fisiológicas que hacen al aceite de oliva tan cotizado en los mercados de todo el mundo.

Ahora bien, para establecer sobre una firme base científica los principios que rigen tales tratamientos mecánicos, resulta indispensable el estudio reológico de todas las etapas del proceso de extracción del aceite de oliva.

Estas eran las circunstancias del problema en la época en que comenzó a realizarse el plan trazado para esta Tesis.

Tres puntos básicos han sido estudiados:

1º.- Las viscosidades de las fases líquidas, aceite de oliva y alpechín, que se separan de la pasta durante el prensado.

2º.- Las analogías entre un proceso de filtración y la prensada de una pasta de aceitunas molidas, en muestras del orden de 150 a 200 g.

3º.- La extrapolación de los resultados obtenidos en los estudios del punto anterior, primero a escala de laboratorio con muestras de un kg y luego a operaciones de almazara con dos tipos de prensa distintos.

Las investigaciones sobre el primer punto han resultado más complejas de lo que, en los planteos iniciales, pudo estimarse, puesto que las viscosidades de las sucesivas fracciones de alpechín, que van separándose de una pasta, son tanto menores cuanto más agotada se encuentra ésta en el momento de la separación. Un comportamiento similar se encuentra para las concentraciones de sustancias coloidales en el alpechín. Este estudio se ha completado estableciendo una correlación claramente significativa



tiva entre viscosidad y concentración en coloides.

En las investigaciones sobre el segundo punto se ha llegado a establecer la existencia de una cinética de primer orden, en todos aquellos casos en que se mantiene constante el valor de la presión aplicada a la pasta. Para facilitar los ajustes de las ecuaciones cinéticas, se ha construido un modelo analógico eléctrico con registro fotográfico.

En el tercer punto se han estudiado las cinéticas de prensada en operaciones industriales, así como la distribución, en el espacio y en el tiempo, de los esfuerzos mecánicos ejercidos sobre la pasta durante la prensada. Los resultados obtenidos demuestran la existencia de un tipo de proceso físico-químico fundamental en todos los sistemas mecánicos de extracción de aceite. En ciertas etapas de la prensada, se encuentra una dependencia entre la composición de cada zona de pasta y su posición en el cargo.

Los resultados de todas las experiencias realizadas quedan justificados por la siguiente hipótesis: "la prensada de una pasta de aceitunas molidas es similar a la filtración de una solución coloidal con torta y soporte compresibles".

La aplicación de las características específicas de las pastas de aceitunas molidas a la fórmula general de Carman permite deducir una ecuación para la cinética de la prensada, perfectamente acorde con los resultados experimentales. Los parámetros de esta ecuación informan sobre la eficacia de la preparación previa de la pasta.

Una Tesis de este tipo quedaría incompleta si no se dedujese de ella alguna consecuencia de interés práctico inmediato.

En el presente caso, se ofrece a los técnicos de almazara un método rápido para estimar la cantidad de los distintos tipos de aceite de oliva vírgen que pueden extraerse de una pasta.

A pesar de lo mucho que se ha avanzado, todavía quedan por estudiar puntos de interés sobre la Reología de la extracción del aceite de oliva. Entre ellos están:

1º.- El estudio del flujo simultáneo de una fase acuosa y una fase oleosa a través de unos poros heterogéneos, de carácter predominantemente hidrófilo.

2º.- El desplazamiento, durante la prensada, de las partículas plásticas del mesocarpo respecto a las partículas sólidas del endocarpo leñoso.

3º.- La eliminación de las burbujas gaseosas dispersas en el interior de la pasta, cuya existencia perjudica notablemente diversos aspectos de la prensada.

La resolución de todos estos problemas ha de facilitar la labor de los diseñadores de maquinaria oleícola, puesto que los fracasos de ciertos sistemas, en ciertos años, sólo deben atribuirse a faltas de conocimientos reológicos sobre lo que son y sobre como se comportan las pastas de aceitunas molidas.

I

B I B L I O G R A F I A

# A. - EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE OLIVA

---

## LA ACEITUNA PARA ACEITE

---

La aceituna es un fruto en drupa, en cuyo mesocarpo - existe el llamado parenquima oleífero, del cual se separan la mayoría de los compuestos que constituyen el "aceite de oliva". La figura 1 presenta el esquema de un corte meridiano del fruto. (1)

La figura 2 presenta una microfotografía electrónica de varios cortes sucesivos, obtenidos con microtomo, de la inclusión en metacrilato de una porción de mesocarpo de aceituna fijada con ácido ósmico. El fruto del que se tomó la muestra se encontraba en una fase intermedia de su desarrollo, faltándole aún cinco meses para su completa maduración.

En la microfotografía pueden observarse materias lipídicas (teñidas de negro) adheridas a la superficie de ciertos "particulates" celulares, así como gotas aisladas más o menos elipsoidales.

En estados más avanzados del desarrollo del fruto, las pequeñas gotas se van reuniendo en otras de mayor tamaño, fácilmente observables primero al microscopio óptico y luego a simple vista. En la figura 3 se presenta un dibujo a cámara clara de una preparación de mesocarpo de aceituna madura, en el que solamente se han señalado las gotas de aceite.

El momento en que la aceituna debe recolectarse es un poco antes de su completa maduración, con objeto de obtener un aceite de buena calidad y fácil conservación. Generalmente, los glicéridos líquidos son más numerosos en los frutos inmaduros que en los de avanzada madurez.

En ciertas regiones es preciso recoger las aceitunas-

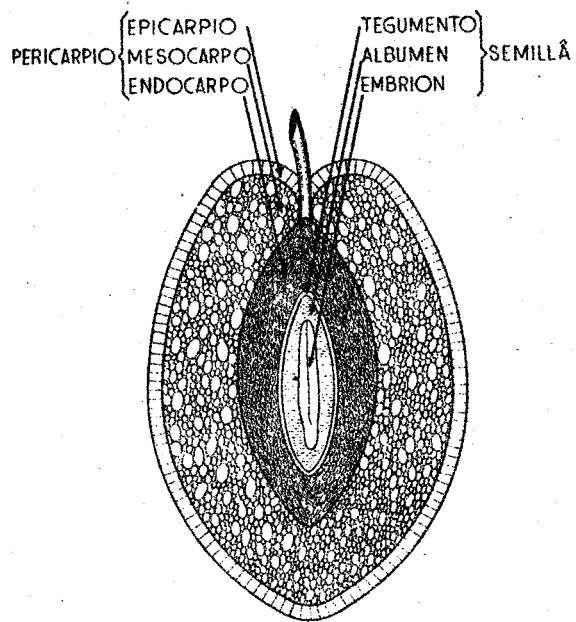


Fig. I



Fig. II

antes de que se encuentren en su momento óptimo, a causa de la caída prematura de los frutos, provocada por insuficiencias fisiológicas de los olivos, del mal tiempo, de razones económicas, etc.

El peso de las aceitunas varía mucho, de 1,5 a 20 g., según las variedades. El hueso representa del 10 al 30% del peso del fruto. La composición media de una aceituna fresca puede estimarse en:

Agua	50 %
Aceite	22 %
Proteína bruta	2 %
Hidratos de carbono	19 %
Celulosa bruta	6 %
Sustancias minerales	1 %

Como los frutos se dejan "reposar" varios días entre su recolección y su prensada, su composición porcentual va variando a causa de las pérdidas de agua que tienen lugar por desecación espontánea.

La aceituna llega a la almazara y, salvo en aquellas zonas en que hay poco olivar, se amontona en patios o almacenes formando los "trojes". Durante el atrojado tienen lugar procesos fermentativos más o menos complejos; pero siempre altamente perjudiciales para la calidad de los aceites. En ocasiones el atrojado dura más de un mes, alcanzándose temperaturas en su interior de unos 50°C, cuando el ambiente se encuentra solamente a unos 10°C. (2

Indudablemente el atrojado debería desaparecer, extrayéndose siempre el aceite de los frutos recién recolectados. Sin embargo, la forma en que actualmente se trabaja en las almazares-

hace muy difícil el prescindir de los trojes, sobre todo en las -  
regiones típicamente olivareras (Jaén, Córdoba, Sevilla).

Se han estudiado distintas formas de conservación (de-  
secación de frutos, sumergido en soluciones de ClNa, almacenado -  
en capas de poco espesor, etc.); pero, si hay desarrollo de micro  
organismos, la calidad del aceite (estimada por su grado de aci-  
dez y caracteres organolépticos) se hace peor.

Solamente si se impide por completo tal desarrollo -  
(por ejemplo, manteniendo los frutos en atmósfera de vapores de -  
etanol), el aceite puede conservar su acidez inicial durante años. (

#### PREPARACION DE LA PASTA

=====

El primer tratamiento a que debe ser sometida la acei-  
tuna para su preparación es el lavado. Así se le priva de todos -  
los cuerpos extraños adheridos y que puedan tener una gran influen-  
cia, en la marcha del proceso de extracción.

Los primeros métodos de lavado consistían en introdu-  
cir los cestos, donde se transportaban las aceitunas, en agua co-  
rriente durante un cierto tiempo, que dependía del grado de impu-  
rezas que acompañaban a éstas. (4)

Con la aparición del tornillo elevador de aceitunas, -  
en sustitución de los cestos, el sistema de lavado, se modificó, -  
colocando un chorro de agua que cae en contra-corriente sobre las  
aceitunas.

Otro sistema, más moderno, es el de jaula. Consiste en  
un cilindro de alambre cuya luz de tamiz no permite el paso de -  
las aceitunas; pero sí el de las impurezas. Las aceitunas se colo-  
can en el interior del cilindro, que tiene su mitad dentro de una

piscina inferior, en donde hay agua corriente. Así, la masa queda sometida a dos movimientos: el de rotación del cilindro y el de avance del agua, saliendo al final las aceitunas por un tornillo elevador (4).

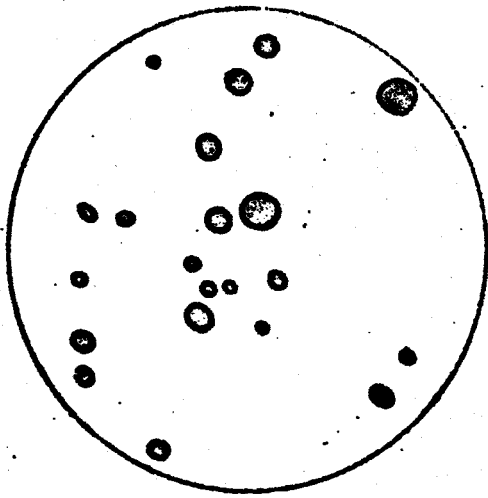
Las más difundidas son las lavadoras de paletas, que consisten en un recipiente con agua en donde caen las aceitunas desde una tolva. Este está dividido en varios compartimientos, en cuyos tabiques de separación hay unas paletas que giran alrededor de ejes paralelos a dichos tabiques. El agua entra por el final de la instalación y sale por el compartimiento donde descarga la tolva.- Las aceitunas de cada compartimiento son llevadas al siguiente por las paletas, estando sometidas al mismo tiempo a la acción del agua en contracorriente, que arrastra las materias extrañas, menos pesadas que la aceituna. El último juego de paletas descarga en un plano inclinado, formado de varillas metálicas, por donde sólo ruedan las aceitunas, quedando en las barras las posibles impurezas que aún puedan acompañarles (4).

Desde hace poco tiempo la firma italiana Pieralisi fabrica un modelo, ideado por Andreini (5). La máquina es completamente similar a la de paletas ya citada; pero el agua de lavado se agita por medio de una fuerte corriente de aire.

M O L I E N D A  
 =====

Las aceitunas una vez lavadas, se someten a un proceso de molido cuyos objetivos son: 1º.- Romper completa y adecuadamente las células del parenquima oleífero sin que se produzca emulsión del aceite que va separándose. 2º.- Triturar los sólidos a un tamaño óptimo para que luego se comporten como un adecuado soporte de filtración. El producto resultante del molido se llama "pasta".





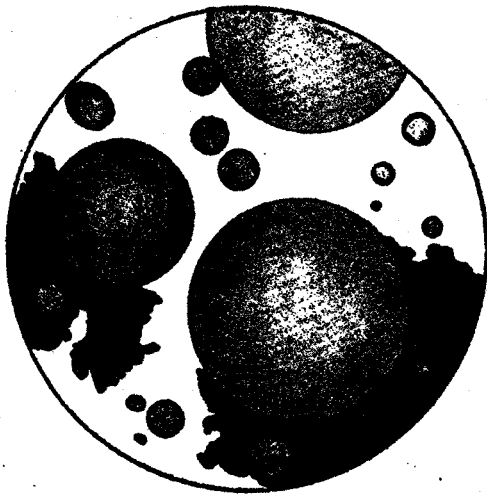
0,1 mm.

Fig. 3



0,1 mm.

Fig. 4



0,1 mm.

Fig. 5

Los primeros métodos de molienda consistían en extender las aceitunas por el suelo de un patio, y por encima de ellas se hacía pasar un cilindro granítico arrastrado por caballerías. Con este método se conseguía romper la aceituna en trozos pequeños; pero prácticamente no se dislaceraba nada (4).

Para evitar esto, se substituyó la piedra cilíndrica por una o dos piedras troncocónicas del mismo material, que giran sobre una superficie, también granítica, llamada solero. Este tipo, a pesar de su antigüedad, es el que se usa en casi todas las almazaras españolas, con la substitución del tiro animal por un motor eléctrico. En las más modernas, los rulos, además de girar, tienen un movimiento de desplazamiento que facilita mucho el dislacerado de la pasta (5).

Recientemente se tiende a substituir los clásicos molinos de piedras por trituradores metálicos. Los más empleados son los de rodillos y los de martillos.

Los primeros consisten, en esencia, en dos rodillos iguales, con sus ejes horizontales y paralelos, que se someten a rotación en sentidos opuestos. La alimentación la reciben por la parte superior saliendo la pasta molida por la parte inferior. Para evitar roturas o deformaciones en los ejes, uno de los dos rodillos va montado sobre una corredera y está mantenido en posición por fuertes resortes, que actúan sobre los cojinetes y permiten que aquél se retire ligeramente para dar paso a alguna pieza gruesa o inquebrantable, o en caso de atascamiento en la zona de carga. El otro rodillo va fijo a la armadura de la máquina. La superficie de los rodillos se construye generalmente acanalada para aumentar la eficiencia de la trituración, aún a costa de la uniformidad de tamaños resultantes (6).

10

Los quebrantadores de martillos constan de un eje horizontal que, en su rotación, arrastra una serie de crucetas que poseen en sus dos extremos dos martillos o cuchillas de acero duro, articulados con sus correspondientes pivotes. La velocidad lineal de los martillos es superior a la de caída libre de los sólidos que se adicionan por la tolva, con lo que los trozos tienen la oportunidad de ser golpeados repetidamente en su descenso. Los trozos primarios formados por los golpes directos de los martillos resultan lanzados contra las paredes de la caja, sufriendo así nuevos impactos y consiguientes fracturas a las que contribuye la rugosidad de la pared. Por todo ello se consigue una relación de reducción mayor que con cualquier otro tipo (7).

Una de las principales ventajas de este tipo de molino, es el reducido espacio necesario para su instalación y su poco consumo de energía con respecto a los clásicos de piedra.

La pasta está formada por dos fases líquidas, aceite y "alpechín", parcialmente emulsionadas, y varias fases sólidas (fragmentos de endocarpo leñoso, paredes celulares, epicarpo céreo, etc.), cuyo conjunto presenta propiedades reológicas de un gel, conteniendo en su interior trocitos de sólidos de propiedades elásticas y plásticas muy distintas.

La figura 4 presenta un dibujo a cámara clara de una pasta en la cual puede observarse un acusadísimo aumento en el tamaño de las gotas de aceite, respecto al que tenían éstas en el interior de las células. (Compárense las figuras 3 y 4). Esto era de esperar, teniendo en cuenta la pérdida de estabilidad en las membranas que mantienen el aceite disperso en el citoplasma, provocada por la rotura de la célula. Las gotitas, ya sin protección, se reúnen fácilmente en grandes gotas o en una fase oleosa continua (8).

En el interior de la pasta, se encuentran distribuidos mi-

crosistemas coloidales proteicos y hemicelulósicos, procedentes de los rectos de estructuras celulares modificadas durante el molido de los frutos. Estos microsistemas pueden presentar todos los pasos intermedios entre lo que se llama "matriz reticular" (entramado estable de micelas macromoleculares lineales) y un conjunto de partículas en forma de "dispersión", más o menos fina, carente de rigidez estructural.

El balance hidrófilo-lipófilo de los sistemas coloidales juega un papel primordial en este "equilibrio", desagregándose la "matriz reticular" si el conjunto pierde hidrofilia.

En la forma de "matriz reticular", la imbibición de las fases líquidas tiene lugar fácilmente, resultando lo que los almazareños llaman una "pasta difícil" (es decir, una pasta engorrosa de trabajar en la prensa y que da bajos rendimientos en aceite). En la forma de "dispersión" este imbibido no puede ocurrir, separándose sin dificultad los líquidos durante el prensado (9).

#### B A T I D O

=====

Para alcanzar rendimientos óptimos en aceite durante la prensada, es preciso preparar adecuadamente la pasta. Para ello se somete a un dislacerado que complete el efecto del molido en lo que respecta a la rotura de la células, junto con un batido lento que favorezca la reunión de las gotas de aceite en una fase continua.

En la figura 5 se presenta un dibujo a cámara clara de la misma pasta de la figura 4; pero después de dislacerada y batida (8).

Las batidoras son de muchos tipos: de paletas horizontales o verticales, de diversos juegos de engranajes, etc. Casi todas ellas llevan un sistema de calefacción que permite realizar la operación en condiciones óptimas de temperatura (inferior a 30°C en todos los ca--

10  
sos). Un mal uso del sistema calefactor puede producir sensibles pérdidas en las calidades de los productos resultantes (5).

### EXTRACCIÓN DE LAS FASES LÍQUIDAS

=====

El sistema clásico de extracción es el más antiguo y, con ligeras variantes, sin duda, el más empleado. (10) y (11)

En él, la pasta, ya preparada, se coloca entre unos discos planos que actúan de soporte. Estos discos se disponen unos sobre otros formando una torre llamada "carga". Sobre este "carga", mediante un dispositivo adecuado, se aplica una fuerza, con lo que se consigue la salida de la parte líquida.

De los discos antes citados, los más conocidos son los "capachos", tradicionalmente contruídos de esparto, que consisten en un círculo con un orificio central y un reborde reforzado en la parte exterior. Hoy día, además del clásico de esparto, se fabrican de otras materias que posean la adecuada resistencia y flexibilidad, como el cáñamo, fibras de coco y pita, otras fibras vegetales y, más modernamente, de materias plásticas (11). La misión de los capachos es ofrecer al desplazamiento de los sólidos de la pasta una resistencia mayor que la que éstos oponen al paso de los líquidos a su través, es decir, estabilizar el medio filtrante del sistema.

Para dar mayor verticalidad al "carga", a través de los orificios centrales de los capachos, se coloca una aguja metálica que impide que, al aplicar la presión, aquél pueda doblarse exageradamente.

Es de una enorme importancia que la distribución de la pasta en el capacho sea lo más uniforme posible. Si así no fuera, existirían desequilibrios entre las fuerzas aplicadas en los diferentes puntos de un carga, por lo que podrían producirse proyecciones de ma

sa fuera de él y diferencias de agotamiento. Para evitar esto se -  
recurre al uso de distribuidores mecánicos o a mano. Estos últimos  
consisten en un aro de acero (el cual se cierra sobre la aguja cen-  
tral del cargo) y en cuyo interior se agrega la pasta. La utiliza-  
ción de estos aros no supone ni un gran gasto ni pérdida de tiempo  
considerable en la formación del cargo.

Para reducir algunos de los efectos de una construcción-  
defectuosa del cargo, se pensó en el uso de discos metálicos inter-  
calados entre cada cierto número de capachos. Estos discos facili-  
tan uniformidad en la distribución de las fuerzas aplicadas y per-  
miten, por ello, colocar mayor cantidad de pasta en cada capacho. -  
No tienen más orificio que el central para permitir el paso de la  
aguja.

La aguja es tradicionalmente maciza, permitiendo el paso  
del líquido a través de los huecos que quedan entre ella y el bor-  
de del orificio central del capacho. Para mejorar la salida del -  
mosto por esta zona, en la actualidad las agujas se construyen per-  
foradas (5).

Los primeros sistemas para la separación de las fases lí-  
quidas consistían en dejar caer lentamente sobre el cargo, median-  
te unas poleas adecuadas, una piedra de gran peso que era la fuen-  
te de presión (13).

Posteriormente se aplicó el sistema llamado prensa de vi-  
ga. Ésta consistía en una viga (12 a 20 metros de longitud) que se  
fijaba por uno de sus extremos y que en el otro, libre, tenía un -  
contrapeso (2.000 a 3.000 kg) regulado por medio de un tornillo. -  
La torre o torres de pasta se ponían en punto intermedios de la vi-  
ga (4).

En 1795, se ideó un nuevo método por el que se conseguían  
unas presiones muy superiores a las alcanzadas en los ya citados:-

La prensa hidráulica. Esta prensa está formada por un puente o cabecera que lleva atornilladas las guías superiores, cuya misión es fijar la posición del plato-vagón donde se encuentra el cargo. Bajo este plato se aplica el efecto del pistón de la bomba hidráulica, comprimiendo el cargo entre él y el puente o cabecera.

El aumento de la presión ejercida sobre el vagón debe ser lento y continuo, dentro de lo posible, para evitar tanto las proyecciones de masa que una velocidad grande traería consigo, como las deformaciones en la estructura del cargo (13).

Basadas en esta prensa, se han introducido modificaciones para mejorar los rendimientos. Estas modificaciones consisten principalmente en el uso de dosificadores de pasta mecánicos, mayor diámetro de capachos y menor altura en el cargo con lo que parece ser que se consiguen unas distribuciones más regulares de las fuerzas aplicadas. A este tipo pertenecen las máquinas italianas "Molinetto" de Pieralisi, la "Laceloria" de Veraci, etc. Estas presentan además la particularidad de poseer en una sola unidad todos los elementos de preparación y prensado de la pasta, con el consiguiente ahorro de espacio en las almazaras (14).

Una tendencia moderna es la utilización de prensas en las que no sea necesario el uso de capachos, lo cual trae consigo una reducción de la mano de obra y de los gastos de entretenimiento (5).

En este grupo debe destacarse la máquina italiana fabricada por la casa "SIMA". En ella el cargo de pasta se construye usando un drenaje de huesos, en vez de los capachos, y se prensa en cilindros de acero herméticamente cerrados. La presión aplicada es la que suministra una bomba hidráulica y la salida de las fases líquidas se hace a través de la pared de la carcasa cilíndrica, por un sistema de filtración que impide el paso de las partes sólidas. Una vez ago-

tada la pasta, el orujo resultante se lleva a un ciclón, donde por medio de una corriente de aire se separa la pulpa de los huesos, usándose éstos en la preparación del siguiente cargo (15).

Han tenido poca aceptación las llamadas prensas continuas (16), que consisten en un tornillo sin fin que gira dentro de una carcasa perforada cilíndrica. El espacio ocupado por la masa, dentro de la carcasa, va siendo menor a medida que avanza, bien por ensanchamiento del alma del tornillo o por disminución del paso de rosca. Esta disminución del volumen libre para la circulación de la masa hace que ésta quede sometida a fuertes presiones, que deben motivar la separación de las fases existentes. Además, las diferentes secciones del tornillo sin fin suelen llevar en su superficie unas discontinuidades que facilitan el removido de la masa que avanza. A este tipo pertenecen, entre otras, la "Sagrera" española, y la italiana "Diefenbach". Esta última lleva acoplado un sistema de centrifugación, para conseguir la separación del mosto de la gran cantidad de pasta, finamente dividida que, a veces, le acompaña y que es uno de los inconvenientes de estas máquinas (16).

Otra prensa continua, sin uso de capachos, es la prensa-filtro "Segura". Consta de un cilindro que gira dentro de una carcasa que lleva acoplados unos salientes parecidos a los de las bombas rotatorias de vacío. Estos salientes recogen la pasta que descarga una tolva sobre el cilindro. Éste, en su movimiento giratorio excéntrico, lleva la pasta, arrastrada por los salientes, a unos espacios cada vez más pequeños a medida que avanza. Esta disminución del volumen libre hace que la pasta se someta a un cierto incremento de presión, por lo que se separan de ella las fases líquidas que filtran a través de la pared de la carcasa, saliendo finalmente los orujos agotados (17).

Existen centrífugas especialmente preparadas para separar -



el aceite contenido en las pastas. Entre estos sistemas se encuentran los de las Firmas PIGNONE, VERACI y WESTFALIA-ENFIDA.

El líquido que se separa, llamado "mosto oleoso", está formado por aceite y alpechín en fases continuas, junto con una emulsión del primero en el segundo. El resto de la pasta, que queda entre los capachos (del orden del 30 al 40% del peso inicial de pasta), forma el orujo.

En Italia suelen darse dos prensadas. En la primera se recoge el aceite de mejor calidad. Luego se somete la pasta residual a un remolido y se vuelve a prensar. En España generalmente sólo se da una prensada (11).

Los rendimientos en aceite son muy variables. Suelen oscilar entre 15 y 24 kg de aceite por cada 100 kg de pasta inicial. Los porcentajes de separación varían del 80 al 95 % del aceite total contenido en el fruto.

Los métodos de extracción sin prensada se están desarrollando mucho últimamente, por dar unos aceites de muy buena calidad, que conservan casi intactas sus propiedades organolépticas. Su principal inconveniente es que los rendimientos dependen de las propiedades físico-químicas de la pasta de manera mucho más notable que en el caso de la extracción por presión (5). Por ello hay que agotar finalmente sus orujos por medio de uno de los métodos de presión ya citados.

El primer sistema de extracción sin prensada fué ideado por el ingeniero español Acapulco. Consistía en una máquina cilíndrica metálica, que giraba horizontalmente, con orificios de diferente tamaño, por los cuales salían mostos compuestos principalmente de aceite. La extracción se suponía basada en fenómenos de tensión superficial, dando lugar a una filtración selectiva del aceite. Este sistema de Acapulco ha sido posteriormente mejorado por Quintanilla y basadas en él

se han construídos las máquinas Acquarone, Seulco, Palacín, etc.(17).

A este mismo grupo pertenece la máquina española ALFIN. Es tá constituída por una caja rectangular de acero inoxidable de fondo semicilíndrico, con un gran número de perforaciones rectangulares ocupadas por pequeñas láminas de tamaño ligeramente inferior al de las perforaciones. Las láminas van conectadas, por su parte exterior, a un puente de chapa movido por una excéntrica, que da lugar a un movimiento de vaivén de las láminas en las perforaciones de la chapa. En el interior de la caja gira un puente que remueve continuamente la pasta. En su extremo va inserta una raedera de goma que sirve para limpiar los espacios y las láminas de las porciones de pasta allí adheridas. Dado el diferente mojado selectivo de los líquidos de la pasta para las interfases de la misma, el mosto sacado por las láminas se compone casi totalmente de aceite. (16) y (18).

SEPARACIÓN DE LAS FASES LÍQUIDAS ENTRE SÍ  
=====

El mosto oleoso se compone de un 30-40% de aceite, de un 60-70% de alpechín y de una proporción variable, de unas cuantas unidades por ciento, de productos sólidos arrastrados durante la prensada.

En las almazaras antiguas se sigue el método de decantación en los llamados pozuelos. Éstos son depósitos paralelepípedicos de dimensiones variables, normalmente recubiertos de ladrillo cerámico. Están conectados por unos conductos que llevan el líquido de la parte superior de cada pozuelo al pozuelo siguiente (4).

Una simple decantación con el tiempo tiene el peligro de que en el alpechín se produzcan procesos microbianos y enzimáticos perjudiciales para la calidad del aceite.

Los aparatos que se emplean para separar por centrifugación el aceite del alpechín se conocen en la práctica de almazara con el

nombre de "supercentrífugas". Hay dos tipos fundamentales, Sharples y De Laval. El fundamento de ambos tipos es básicamente el mismo. (7)

En la supercentrífuga Sharples, el rotor o "bowl" recibe la mezcla de líquidos por la parte inferior. Unas entalladuras o unas aletas interiores comunican a los líquidos la velocidad de giro y comienza la separación, yendo el líquido más pesado junto a las paredes del "bowl" y el más ligero hacia el centro. En la parte superior, un anillo, con un reborde o "labio" de dimensiones apropiadas, hace que los líquidos más ligeros salgan por el centro y los más pesados por un espacio anular alrededor. La circulación de los líquidos tiene lugar de abajo a arriba, porque el diámetro de la entrada es menor que el de las salidas, de forma que la fuerza centrífuga será mayor para ambas fases arriba que abajo. Por tanto el aparato funciona al mismo tiempo como una bomba centrífuga, obligando a los líquidos a circular de abajo a arriba. (19)

En los aparatos de tipo De Laval los líquidos entran por arriba y por el centro y bajan por una tubuladura hasta el fondo, de donde pasan al interior del rotor. (El tubo de entrada forma también parte del rotor y gira con él comunicando ya una cierta velocidad angular al líquido). Los líquidos separados delimitan una interfase. Esta cae en un cierto punto del "labio" o tabique que distribuye la salida de las fases ligeras y pesadas por sendos espacios anulares, concéntricos con la entrada.

Como en el caso anterior, la circulación se debe a que los radios de entrada y salida son diferentes. En estas centrífugas el diámetro del rotor es mayor que en las Sharples; pero no está hueco, sino dividido en una serie de espacios troncocónicos paralelos y superpuestos, mediante un cierto número de platos o embudos apilados, que giran juntamente con el "Bowl". El objeto es disminuir el recorrido medio que tiene que efectuar una gota para encontrar la inter-

fase.

Varias Empresas fabrican centrífugas de tipo De Laval en las que hay una tercera salida, en la periferia del "bowl", para la descarga intermitente de los lodos formados en la fase pesada por la sedimentación de partículas sólidas densas. Estos lodos, por su mayor densidad, se van acumulando en la periferia y, de tiempo en tiempo, son descargados, sin parar la centrífuga, mediante un mecanismo hidráulico.

Sin embargo, la simple centrifugación por enérgica que sea no puede dejar el alpechín libre de aceite. La razón de esta imposibilidad de agotamiento está en el elevado poder emulsionante que, para las fases oleosas, presenta el alpechín.

Este, como todo, líquido que contiene proteínas disueltas, estabiliza las pequeñas gotas de aceite que se encuentran dispersas en su interior (ya procedan de las células, ya sean formadas artificialmente durante el proceso de filtración que supone el prensado) mediante una membrana haptógena de naturaleza lipoproteica, similar a las que protegen las gotas de grasa de la leche y las de otras emulsiones naturales y artificiales. En la figura 6 se da un esquema muy simplificado de estas membranas. (8)

Las figuras 7 y 8 son microfotografías electrónicas de unas gotas aisladas y de un racimo de gotas, dispersas todas ellas en un alpechín centrifugado y filtrado. La existencia de gotas comprimidas en el racimo es una demostración de la estabilidad de las membranas que las envuelven.

Los elementos metálicos pesados se fijan selectivamente en las lipoproteínas de las membranas, comunicando a estas últimas densidades del orden de 1,35. Si el tamaño de la gota es suficientemente pequeño, la densidad del conjunto "gota-membrana" puede resultar igual o superior a la del alpechín (de 1,03 a 1,07), siendo nulo en estos casos el efecto de la centrifugación. (20)

En el fondo de los decantadores, así como en el fondo de los depósitos en que se almacena el aceite de oliva, se depositan unas "borras", que suelen contener importantes cantidades de aceite, formando, a veces, emulsiones del tipo "aceite-en-aceite". Las membranas lipoproteicas impiden al aceite situado en su interior unirse al aceite en fase continua que las rodea. El aceite de las borras, de baja calidad, puede recuperarse mediante calentamiento y agitación con agua. (21)

#### EFECTOS DE LOS TENSIOACTIVOS INCORPORADOS A

#### PASTAS DE ACEITUNAS MOLIDAS, ALPECHINES Y BORRAS

Martínez Moreno y cols. han estudiado el efecto de detergentes comerciales sobre la separación del aceite contenido en pastas de aceitunas de las campañas almazareras 1959-60 y 1960-61, procedentes de distintas zonas de Andalucía. Para poder estimar la acción individual de ciertos tensioactivos, que muchas veces se encuentran mezclados en forma indeterminada en los preparados comerciales, se han sintetizado y ensayado series homólogas de compuestos tensioactivos puros(22)

Los productos (sólidos, pastas o líquidos) se agregan en proporciones comprendidas entre 0,2 y 0,5%. Un aumento en la concentración hasta el 2% no ha provocado cambios significativos en la salida del aceite, tanto en los casos favorables como en los de resultado nulo.

A veces la adición del producto tiene lugar durante el molido de los frutos, mientras que, en otras ocasiones, aquél se agrega a la pasta ya molida. Las experiencias realizadas al efecto demuestran que ambos métodos de incorporación conducen a resultados prácticamente iguales.

Del estudio de los resultados obtenidos se deduce que los efectos de los tensioactivos sobre las pastas son muy específicos. "Undeterminado tipo de aceitunas mejora su rendimiento en aceite con cier

tas clases de tensioactivos y con otras no". Inversamente: "No se encuentra un tipo de tensioactivo que dé resultado favorable en todos los casos".

La "historia" de las aceitunas, y también la de las pastas, influyen notablemente, variando los resultados según que los frutos estén más o menos maduros, que el atrojado dure más o menos tiempo, o que las pastas se hayan molido y batido debidamente.

En líneas muy generales podría decirse que el efecto de los tensioactivos se acentúa en aquellas operaciones de prensada cuyo rendimiento es escaso por diversas circunstancias, (frutos difíciles, verdes, recién recolectados; pastas inadecuadamente molidas y batidas) y desaparece o se hace insignificante en las prensadas de alto rendimiento (frutos maduros o atrojados; pastas bien batidas); pero esta generalización presenta no pocas excepciones.

Entre los tipos de tensioactivos que han conducido a resultados favorables figuran: esterés del ácido sulfosuccínico, oxietilenados de balance hidrófilo-lipófilo bajo, alquilsulfatos, alquilarilsulfonatos, alquilolamidas y derivados grasos del ácido aminobutírico<sup>(23)</sup>

Los resultados parecen indicar que el mecanismo según el cual tiene lugar el aumento de rendimiento no es específico de un determinado grupo funcional, sino que aditivos muy distintos actúan similarmente sobre el comportamiento de la pasta frente a la prensada.- La presencia de varios productos a un mismo tiempo solamente debe suponer un aumento de concentración que, según se ha podido confirmar en repetidas ocasiones, no incrementa el rendimiento.

Además, en muchos casos el aceite suma (suma del aceite de oliva y del aceite de orujo separados de una cierta cantidad de pasta inicial) es mayor en las pastas tratadas que en las testigo. Esto, que debe parecer absurdo a primera vista, no lo es porque el tensio--

activo puede reducir la cantidad de aceite perdido en las borras y -  
descomponer cenapsis de tipo lipoproteico, liberando compuestos gra--  
sos que antes no eran extraídos, ni por presión, ni por el disolvente.

Martínez Moreno y colbs. (9) proponen la siguiente interpreta-  
ción de estos resultados: La incorporación a la pasta de un tensioac-  
tivo altera el equilibrio "Matriz reticular-Dispersión". Dentro de u-  
na misma serie homóloga, la estabilización de la "matriz reticular" -  
resulta favorecida por los términos de B.H.L. más alto. Por el contra-  
rio, los términos de B.H.L. bajo, que presenten una solubilidad acep-  
table en el medio acuoso, harán que la pasta se desplace hacia el es-  
tado de "dispersión".

Un producto lipofilizante actúa de modo favorable para la sa-  
lida del aceite cuando se trata de una pasta "difícil" y esta efica--  
cia se va perdiendo rápidamente con el atrojado, sin que, en momento-  
alguno, su presencia suponga un inconveniente para la salida del acei-  
te. El efecto de un tensioactivo hidrofilizante, que siempre es muy -  
desfavorable en pastas frescas, se va haciendo menos acusado a medida  
que avanza el tiempo de atrojado, para acabar siendo nulo al cabo de  
unos dos meses de la fecha de la recolección.

Este mecanismo da cuenta cumplidamente de los resultados de -  
todas las series de experiencias descritas, según puede deducirse de  
sencillas consideraciones sobre cada uno de los puntos estudiados.

Algunos agentes tensioactivos presentan la propiedad de rom--  
per las emulsiones de aceite en alpechín, destruyendo las membranas -  
que las estabilizan y dejando el aceite libre y en condiciones de for-  
mar una fase oleosa continua. (24)

Un detenido estudio de esta cuestión ha permitido poner en -  
claro el mecanismo de rotura, que puede resumirse de la forma siguien-  
te:

Un tensioactivo, con balance hidrófilo-lipófilo adecuado para que presente más afinidad hacia la fase oleosa que las proteínas del alpechín, desplaza a la membrana lipoproteica de la gota (son bien conocidas las interacciones entre tensioactivo y proteínas para quienes estudian ciertos problemas de Biofísica) y forma su propia membrana en torno a la gota de aceite. Posteriormente, esta membrana, mucho más débil que la primera, según demuestra su observación al microscopio electrónico, se redisuelve por asociación del tensioactivo con determinados componentes de la parte no coloidal del alpechín, cuya naturaleza no se ha determinado todavía (probablemente son lipoproteínas solubilizadas). La acción, por consiguiente, no es específica de determinados grupos moleculares, sino que depende del balance hidrófilo-lipófilo del tensioactivo y de las características que presenten los componentes del alpechín. (25)

La adición al mosto oleoso de un tensioactivo que destruya las membranas de las gotas es, por tanto, susceptible de mejorar los rendimientos de separación. Este efecto es muy notable en el proceso de decantación, así, por ejemplo, un alpechín que, después de 24 horas de decantación, quedó con el 0,40% de aceite, tratado con un uno por mil de dialquilsulfosuccinato solamente presentó, en el mismo tiempo, un aceite residual inferior a 0,10%. (26)

En el proceso de centrifugación la influencia es menos notable por ser sólo las gotas muy pequeñas las que resisten la acción de la centrífuga, y muy reducido el porcentaje de aceite que queda en ellas, generalmente inferior al uno por mil del peso de alpechín(21)

El tratamiento de las borras con disoluciones acuosas de tensioactivos permite recuperar la casi totalidad de su aceite, limpio y en condiciones de empleo. El procedimiento es mucho más eficaz, rápido y económico que los que hasta ahora se venían utilizando. Teniendo en cuenta que las borras representan normalmente de un 1 a un



2% de la producción de aceite, es decir, de cuatro a ocho millones de kilos anuales, la importancia económica que puede tener la generalización del uso de este método es grande. (27)

#### EL ACEITE DE OLIVA

=====

La composición del aceite de oliva virgen varía con la procedencia, estado de madurez y grado de conservación de las aceitunas, así como con la forma en que se han llevado a cabo las operaciones de almazara.

Según los datos más recientes, determinados por cromatografía en fase vapor y por estudios de espectrofotometría en el ultravioleta, la composición en ácidos grasos varía entre los límites siguientes. (28), (29) y (30)

<u>Ácido</u>	<u>% mínimo</u>	<u>% máximo</u>
Oleico	67	81
Linoleico	3,5	14,5
Palmítico	12	16
Esteárico	1,5	3,0
Palmitoleico	0,4	1,6
Linolénico	0,3	1,2
Araquídico	0,0	0,8

Estos ácidos se encuentran distribuidos en los glicéridos con una cierta selectividad, siendo bien conocida la preferencia del grupo alcoholico secundario de la glicerina a ser esterificado por un ácido insaturado. Como en un proceso químico ordinario tiene lugar una distribución de las moléculas al azar, las grasas sintéticas pueden presentar un comportamiento bioquímico distinto al de las naturales, ya que la lipasa pancreática ataca preferentemente los grupos ester 1 y 3 de la glicerina, dejando en el quilo intestinal un monoglicérido cuyas propiedades dependen de la naturaleza de su cadena grasa. (31)

No todos los ácidos grasos se encuentran formando glicéridos. Siempre hay una cierta cantidad de ácidos libres, debida a efectos -

lipolíticos, de origen químico o enzimático, que tienen lugar en el fruto, en la pasta, en el mosto oleoso y en los depósitos en que se conserva el aceite. Hasta el presente, la acidez de un aceite de oliva es el factor que determina "oficialmente" su calidad y su precio.

En el aceite de oliva se encuentran una serie de componentes menores, tales como escualeno, sitosterol, tocoferoles, vitaminas, clorofila, etc. Un estudio bioquímico de los efectos de estos componentes menores sobre el organismo puede conducir a una estimación real de las ventajas que ofrece el aceite de oliva frente a otras materias grasas alimenticias. (32)

La semilla de la aceituna también contiene aceite. Habiéndose demostrado que la presencia de este último no perjudica sensiblemente la calidad y la estabilidad del aceite procedente del meso carpo y siendo su proporción inferior al 1% del aceite total separado de la pasta, el estudio del aceite de la semilla no presenta un interés considerable.

Según la bibliografía consultada, la viscosidad media del aceite de oliva se estima en 84 centipoises a 20°C. Su tensión superficial oscila entre 31 y 32 dinas/cm. (33)

#### EL ALPECHIN

=====

Tiene color rojo oscuro, debido al colorante oleocianina, posee olor característico, sabor amargo y aspecto brillante sin transparencia.

Su composición depende mucho de la procedencia, estado de madurez y grado de conservación de las aceitunas, así como de la forma en que se han llevado a cabo las operaciones de almazara. A continuación se inserta una relación de los valores máximos y míni-

mos encontrados en una numerosa serie de medidas. (34)

<u>Componentes</u>	<u>%máximo</u>	<u>%mínimo</u>
Agua	95	79
Sustancias minerales	1,8	0,73
Coloides	7,4	0,26
No coloides	21,4	4,43
Hemicelulosas	6,1	0,11
Proteínas	0,89	0,01
Azúcares	8,0	1,0
Polialcoholes	1,5	1,0
Ácidos orgánicos	1,5	0,5
Pectinas y mucílagos	1,5	1,0
Grasa	1,0	0,03

<u>Características</u>	<u>Valor máximo</u>	<u>Valor mínimo</u>
pH	5,3	4,5
Tensión superficial	41,8 dinas/cm	36,2 dinas/cm
Tensión interfacial frente a aceite de oliva	11,8 " "	9,2 " "

La parte mineral está compuesta principalmente de potasio, fósforo, sodio, cloro, calcio, sulfato, hierro y manganeso. Sus proporciones dependen considerablemente de la composición de los suelos de la región de donde proceden las aceitunas. (35)

Los azúcares se componen en su mayoría de monosacáridos reductores, con una pequeña cantidad, muy variable, de productos no reductores. En estudios recientes empleando cromatografía sobre papel se han encontrado glucosa, galactosa, xilosa y arabinosa (36),(37)(38)

En el alpechín existe una proporción variable de ácidos orgánicos. Una parte de ellos está en forma de sales, principalmente potásicas, y el resto en estado libre. Esta mezcla comunica al alpechín una elevada capacidad tampón, la cual evita que el valor del pH varíe considerablemente cuando se incorporan ácidos o álcalis, tanto a la pasta antes de su prensada como al alpechín ya separado.

El sistema tampón del alpechín no depende apenas de la procedencia de las aceitunas; pero se modifica durante el atrojado de los frutos, tal vez a causa de la formación de cantidades apreciables

de ácidos orgánicos durante la fermentación producida por los microorganismos existentes en el troje (39).

Los alpechines presentan propiedades características de las soluciones de productos tensioactivos, según demuestran sus propiedades espumantes y las gráficas de variación, con la dilución, de las tensiones superficiales e interfaciales frente a su propio aceite. Sin embargo no se ha encontrado indicio alguno que sugiera la existencia de una concentración micelar crítica.

El poder emulsionante del alpechín se debe a sus coloides de tipo proteico y hemicelulósico que, como se ha indicado anteriormente, forman unas membranas protectoras alrededor de las gotas de aceite de una estabilidad muy considerable. (8)

La bibliografía existente sobre viscosidades de los alpechines es tan incompleta que su estudio puede considerarse como no efectuado.

### EL ORUJO

Desde un punto de vista físico el orujo está formado por una torta de trocitos de endocarpo leñoso, cuyas dimensiones suelen sobrepasar en muchos casos el milímetro, en contacto mutuo. Los huecos están llenos de pulpa, cuyas características reológicas son muy distintas de las del endocarpo. La torta de orujo sometida a un proceso de dislacerado suave se deshace fácilmente.

Según los datos de la bibliografía, la composición de un orujo procedente de una operación industrial en prensa de capachos oscila entre los límites siguientes: (40)

<u>Componentes</u>	<u>% máximo</u>	<u>% mínimo</u>
Materia grasa	14,0	4,1
Humedad	33,4	22,1
Endocarpo leñoso	40	26
Fibra bruta	38	34
Proteína bruta	5,2	1
Cenizas	6,6	2,3

Las cenizas pueden contener hasta un 75% de óxido de potasio, un 8% de óxido de calcio, un 7% de óxido de sodio y un 8% de anhídrido fosfórico. El contenido de otros elementos metálicos, expresado como óxido, no suele superar el 1%.

Como es natural, el factor del cual depende fundamentalmente la composición de un orujo es la forma en que se han llevado a cabo las operaciones de almazara. A igualdad de las restantes condiciones, la riqueza grasa de un orujo suele ser menor en los procedentes de una operación de doble prensada con remolido intermedio, que en los orujos resultantes de una sola prensada, incluso cuando la presión final aplicada sea muy alta y el tiempo de la operación suficiente para que el mosto deje de salir por completo. (41)

También la composición de un orujo varía con la procedencia, grado de madurez y tiempo de atrojado de las aceitunas.

El aceite se encuentra en el orujo retenido más energicamente de lo que en principio pudiera suponerse. Experiencias realizadas al efecto parecen indicar que existen cenapsis más o menos estables, formadas por las sustancias proteicas y los polisacáridos de los orujos con las grasas que éstos retienen. Un tratamiento con agua caliente o con solución acuosa de un tensioactivo no separa más del 1% de la grasa del orujo. (42)

La extracción con un disolvente orgánico adecuado, hexano, éter de petróleo, etc., de la grasa contenida en un orujo húmedo es muy incompleta, alcanzándose difícilmente rendimientos superiores al 70%. Hace falta una desecación previa del orujo, adecuadamente dirigida, si se quiere extraer la casi totalidad del aceite allí contenido. (40) (43).

Los orujos procedentes de las operaciones de extracción de

aceite de oliva en aparatos que no emplean presión, contienen cantidades tan elevadas de agua que es preciso prensarlos entre capachos antes de ser sometidos al proceso de desecación. (44)

# B - R E O L O G Í A      Y      F I L T R A C I Ó N

---

## GENERALIDADES SOBRE REOLOGÍA

---

La Reología estudia la deformación y el flujo de la materia. Sus teorías generalizadas dan cuenta del comportamiento de los sólidos, líquidos y cuerpos intermedios, tal como éstos se presentan a la observación directa, cosa que, en general, no sucede con las teorías clásicas. (45)

Una ventaja importante de la Reología es su capacidad para predecir el comportamiento de los cuerpos durante el transcurso del tiempo en un determinado proceso. Los cálculos de la fatiga de los metales y del "creep" del hormigón son unas de las más brillantes aplicaciones de esta rama de la Ciencia (46).

La nomenclatura para los conceptos reológicos puede resumirse, en lo que respecta a los puntos de interés para la presente Tesis, de la forma siguiente: (47)

"Solicitud".- Bajo este nombre designaremos la resultante de todas las fuerzas existentes en el interior de los cuerpos y que, por unidad de superficie, se transmite a las capas adyacentes. Estas fuerzas pueden ser de tracción, compresión, flexión, torsión, aplicación de una presión hidrostática y, en ciertos casos, las debidas a la gravedad y a la inercia.

La "solicitud" presenta las propiedades de un vector, cuya dirección, magnitud y sentido serán funciones de la orientación en el espacio que presente la unidad de superficie considerada. La notación general de una "solicitud" será "T".

"Deformación".- Se define como el cambio que en su "geometría" sufre un cuerpo sometido a una "solicitud". La notación gene-

ral de una deformación será "L".

El comportamiento reológico de un cuerpo puede expresarse - mediante una superficie en un diagrama tridimensional "tensión-deformación-tiempo", o bien mediante una familia de curvas en un diagrama-bidimensional.

Estas ecuaciones suelen presentar, en ciertas ocasiones, formas muy complicadas, que las hacen poco intuitivas. El diseño de un - modelo analógico, especie de escritura ideográfica condensada y característica, resulta muy eficaz para una rápida comprensión de los comportamientos reológicos.

Un modelo analógico consiste en una agrupación, más o menos complicada, de elementos sencillos (mecánicos, hidráulicos o eléctricos). El comportamiento del modelo frente a una adecuada "solicitud" resulta similar al comportamiento reológico real del cuerpo correspondiente. (47)

En el caso de la presente Tesis solamente interesa considerar los cuatro elementos siguientes, a los que se aplica una comprensión mecánica.

Resorte.- Se trata de un resorte en hélice, sin imperfecciones y sin masa inerte. Su ecuación reológica es:

$$T = G.L.$$

Este elemento representa un cuerpo de Hooke, sólido o líquido, perfectamente elástico. La energía aplicada para su deformación - queda toda ella disponible en forma de energía potencial. (48) (49)

Amortiguador.- Viene formado por un pistón perforado que - puede desplazarse sin frotamientos sólidos en el interior de un cilindro conteniendo un fluido newtoniano, de coeficiente de viscosidad - " $\gamma$ ". El sistema se supone desprovisto de efectos inerciales. Su ecuación reológica es:

$$T = R\gamma ( dL / dt )$$



30

Este elemento representa un cuerpo de Newton, fluido perfectamente viscoso. La energía aplicada se disipa totalmente en forma de calor. (6), (33), (50).

Freno.- Está constituido por una superficie sólida, plana y rugosa, sobre la cual presiona normalmente una punta gracias al empuje de un resorte perfectamente elástico.

El desplazamiento de la punta sobre la superficie sólida solamente tiene lugar cuando la tensión aplicada paralelamente a esta superficie es superior a las fuerzas de frotamiento sólido. No existe una ecuación que realice la "solicitud" y el desplazamiento.

Este elemento representa un cuerpo inelástico perfectamente-plástico. La energía aplicada se disipa totalmente en forma de calor(47)

Freno de Képès.- Está constituido por una superficie sólida, plana y rugosa, sobre la cual presiona oblicuamente una punta gracias al empuje de un resorte perfectamente elástico.

El desplazamiento de la punta sobre la superficie sólida, en el sentido en que se comprime el resorte, solamente tiene lugar si, en cada momento, la tensión aplicada paralelamente a dicha superficie sólida es superior a las fuerzas de frotamiento sólido existentes en dicho momento. La ecuación reológica es:

$$T = K.L$$

Este elemento representa el comportamiento de ciertos altos-polímeros orgánicos. La energía aplicada se disipa totalmente en forma de calor. (47)

En la formación de un modelo analógico, los elementos pueden estar asociados en serie o en paralelo. En la asociación en serie, todos los elementos reciben la misma "solicitud", siendo la deformación total la suma de las deformaciones de cada uno de ellos. En la asociación en paralelo, todos los elementos presentan la misma deforma-

ción, siendo la "solicitud" total la suma de las "solicitaciones" correspondientes a cada uno de ellos.

El cuerpo de Bingham es el ejemplo más sencillo de cuerpo-plasto-viscoso-elástico. Su modelo analógico está constituido por la asociación en paralelo de un amortiguador y un freno, la cual va asociada en serie con un resorte,

Mientras que la "solicitud" aplicada sea inferior a la fuerza de frotamiento sólido, el cuerpo se comporta como perfectamente elástico. Si la "solicitud" es superior a dicho frotamiento, se divide en dos partes, una igual al frotamiento sólido y otra que provoca el desplazamiento del émbolo del amortiguador, de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$F = T_p + \gamma R (dL / dt)$$

La energía aplicada se divide en dos partes, la que queda acumulada en el resorte comprimido en forma de energía potencial y el resto que se disipa en forma de calor. (51), (52)

REOLOGÍA DE LAS SOLUCIONES COLOIDALES

El comportamiento reológico de las soluciones coloidales - puede expresarse de acuerdo con la siguiente fórmula general:

$$T = a + \eta (dv / dx)^n$$

donde "T" es la "solicitud" aplicada, " $\eta$ " el coeficiente de viscosidad, y (dv / dx) el gradiente de velocidad respecto a la distancia entre las láminas que se desplazan.

En general, los valores de los parámetros "a" y "n" indican el comportamiento de la solución coloidal. Si "a" presenta un valor distinto de cero, la solución se comporta como un fluido de Bingham. El exponente "n" es superior, igual o inferior a la unidad, según que la solución coloidal se comporte como un fluido "dilatante", "normal" o "pseudoplástico".(53)

En el caso de soluciones acuosas diluídas, "a" vale cero y el exponente "n" es igual a la unidad, es decir, se encuentra un comportamiento newtoniano.

Para una mejor comprensión de los estudios sobre relaciones entre viscosidad y concentración en coloides, a continuación se insertan una serie de definiciones.

Viscosidad relativa.- Es el cociente entre la viscosidad absoluta de la disolución y la viscosidad absoluta del disolvente. - Por tanto, la viscosidad relativa es una magnitud adimensional. (54)

Viscosidad específica.- Es la diferencia entre la viscosidad relativa y la unidad. La viscosidad específica puede considerarse como una estimación del incremento de viscosidad atribuible al soluto. (54)

Viscosidad reducida.- Es el cociente entre la viscosidad específica y la concentración de coloides en la solución, expresada-

en gramos por decilitro. Las dimensiones de la viscosidad reducida son inversas de las de una concentración. Las viscosidades reducidas se expresarán en decilitros por gramo (notación dl/g).(55)

El valor límite de la viscosidad reducida, a dilución infinita, (de notación " $\eta$ ") se llama viscosidad intrínseca del soluto(54).

Viscosidad inherente.- Es el cociente entre el logaritmo neperiano de la viscosidad relativa y la concentración en coloides.- Sus dimensiones son las mismas de la viscosidad reducida. Su valor límite, a dilución infinita, coincide con la viscosidad intrínseca del soluto.(56)

Modernamente se ha propuesto un cambio de nomenclatura que permita diferenciar las magnitudes de distintas dimensiones (57). Según el nuevo criterio la viscosidad relativa adimensional se llamará "cociente de viscosidad" y las viscosidades de dimensiones inversas a las de la concentración, viscosidad reducida, viscosidad intrínseca, y viscosidad inherente, serán designadas como "número de viscosidad", "número de viscosidad límite" y " número de viscosidad inherente" respectivamente.

Se han propuesto muchas fórmulas, distintas para cada tipo de soluto, que relacionan la viscosidad relativa y la concentración en coloides. La bibliografía sobre este punto es abundantísima, pero muy dispersa (58). La ecuación más general, deducida a partir de consideraciones hidrodinámicas, es una función potencial del tipo siguiente:

$$\eta_r = 1 + A_1C + A_2C^2 + A_3C^3 + A_4C^4 + \dots (1)$$

El parámetro  $A_1$  coincide con la viscosidad intrínseca del soluto. Los valores de los restantes parámetros dependen de las interacciones existentes entre todos los tipos de partículas y moléculas que forman parte de la solución coloidal.

Estas interacciones pueden ser de naturaleza hidrodinámica

(debidas a influencias de las perturbaciones que se producen en el desplazamiento de la fase líquida que rodea las partículas dispersas) y de carácter mecánico (choques entre dos o más partículas dispersas, formación de aglomerados, etc.).(59)

Otras fórmulas propuestas son de tipo binómico o exponencial:

$$\eta_r = (1 + K.C)^n \quad ; \quad \eta_r = \exp (B.C)$$

Estos tipos de ecuaciones pueden transformarse, mediante un adecuado desarrollo matemático, en expresiones potenciales. En estos casos, a diferencia de lo que ocurre con la ecuación general, los parámetros de las potencias de C no son independientes unos de otros.

En la práctica suelen despreciarse los términos con potencias de "C" superiores a 2. A pesar de ello, los resultados no difieren significativamente, si se tienen en cuenta los errores de medida, de los calculados por la fórmula general completa.(60)

Hay casos en que resulta conveniente emplear una ecuación mixta potencial-exponencial:

$$\ln \eta_r = B_1 C + B_2 C^2 + B_3 C^3 + \dots$$

Este tipo de ecuación ha dado muy buenos resultados en soluciones de polímeros (58).

Cuando puede aplicarse una ecuación de cualquiera de los tipos antes citados, la estimación de la viscosidad intrínseca no ofrece dificultades.

Hay casos en que las ecuaciones exponenciales necesitan, para ajustarse bien a los valores experimentales, agregar un término, positivo o negativo, independiente de la concentración:

$$\ln \eta_r = B_0 + B_1 C$$

La necesidad de esta corrección puede atribuirse a efectos de intercambio de materias entre las micelas coloidales y la fase lí

quida continua. A causa de estos intercambios, la viscosidad del medio en el cual están relmente dispersas las micelas no coincide con la viscosidad de la fase líquida pura. Lo mismo sucede, tal vez más-acusadamente, si los coloides se dispersan en una solución de carácter no coloidal.(57)

Hay casos especiales, soluciones de goma-latex, en que el logaritmo neperiano de la viscosidad relativa se relaciona trigonométricamente con la concentración:(58)

$$\ln \eta_r = A_0 + A_1 \cdot \text{tg } C$$

Un fenómeno, que es preciso tener muy en cuenta al estimar viscosidades intrínsecas de macromoléculas, es el efecto electro-viscoso (61). Si en la película adsorbida sobre la superficie de las micelas existe carga eléctrica, se forma alrededor de cada micela una doble capa eléctrica difusa, cuyo espesor depende de la concentración y de la valencia de los iones existente en la fase continua, así como de la constante dieléctrica de esta última.(62)

Cuando se aplica una "solicitud", el movimiento de las partículas ocasiona una distorsión en la doble capa difusa. La energía que es preciso emplear en el restablecimiento de la configuración de esta doble capa provoca un aumento en el valor estimado para la viscosidad. Esto exige la introducción de un nuevo factor en la fórmula de la viscosidad relativa, que tenga en cuenta entre otros factores físico-químicos el radio de la doble capa difusa, estimado a partir de los cálculos fundamentales de Debye y Hückel (63).

También habrá que introducir una corrección debida a la inmovilización, total o parcial, de una capa de líquido alrededor de las partículas dispersas.(64)

Viscosidad y peso molecular.- La viscosidad intrínseca de las macromoléculas puede usarse como un método simple para estimar -

su peso molecular "M". La ecuación más conocida es la de la ley de Houwink

$$(\eta) = a.M^b$$

Si se trata de una solución muy diluída de un sistema coloidal heterogéneo, puede admitirse que las moléculas contribuyen a la viscosidad de la solución de un modo independiente, es decir, sin interacciones mutuas.(57)

Un sencillo cálculo, a base de las viscosidades específicas e intrínsecas de las distintas especies de partículas, permite deducir la siguiente fórmula que relaciona la viscosidad intrínseca obtenida a partir de las soluciones con el peso molecular medio de las partículas

$$(\eta) = aM_r^b$$

Este peso molecular medio viene definido por la expresión:

$$M_r^b = \sum (C_i / C_T) M_j^b$$

donde  $M_i$  es el peso molecular de la partícula de la especie "i",  $C_i$  su fracción en peso con respecto al peso total de partículas y  $C_T$  la suma de todas las  $C_i$ .(58)

Numerosos autores han propuesto modificaciones a la ecuación de Houwink entre viscosidad intrínseca y peso molecular. Algunas son puramente empíricas y otras estimadas a base de razonamientos teóricos. En general, se destaca la influencia de los iones sencillos presentes en la solución sobre los valores de las viscosidades intrínsecas de las macromoléculas polielectrolíticas, estimadas por extrapolación a concentración cero de las viscosidades reducidas o de las viscosidades inherentes.(65)

#### Soluciones coloidales con propiedades anómalas de flujo.

Las soluciones de macromoléculas globulares presentan carácter newtoniano, mientras que las de polímeros lineales solamente presentan este carácter cuando se encuentran en condiciones muy particulares: tem

peraturas superiores a 40°C o diluciones muy elevadas. A medida que aumenta la longitud de la cadena macromolecular, disminuye la concentración crítica a partir de la cual la solución pierde el carácter newtoniano.

En las soluciones no newtonianas, se reduce la resistencia a la deformación a medida que aumenta la "solicitud" aplicada. Este comportamiento puede justificarse de la forma siguiente:

En las soluciones muy concentradas, la elevada viscosidad se debe a la formación de un entramado de macromoléculas lineales. Las "solicitaciones" elevadas, al deshacer esta trama, reducen el valor de la viscosidad intrínseca de los coloides que la forman.

En soluciones de concentración media, la "solicitud" provoca una orientación parcial de las macromoléculas fibrosas en la dirección de las líneas de flujo, disminuyendo los rozamientos internos.

Por tanto, para estimar la verdadera viscosidad intrínseca de los coloides existentes en una solución, es preciso calcular los valores de las viscosidades intrínsecas correspondientes a distintas "solicitaciones" y efectuar con ellos una extrapolación a "solicitud" cero (25).

Viscosidad y presión.- Estudios, tanto teóricos como experimentales, han demostrado que la viscosidad de un fluido aumenta con la presión aplicada. La interpretación teórica de la viscosidad de los líquidos, propuesta por Eyring y cols.(66), considera al líquido como una red molecular imperfecta, con un cierto número de lugares vacíos, llamados "huecos". Sin los "huecos" el flujo sería imposible.

Los "huecos" de un líquido representan un volumen libre, del cual depende su viscosidad. En principio, para un fluido newto--



niano, puede proponerse una ecuación del tipo siguiente:

$$\eta = C / (V - V_S)$$

donde "V" es el volumen molar del líquido a la temperatura y presión de la experiencia, "V<sub>S</sub>" su volumen molar cuando se ha comprimido hasta que no haya volumen libre y "C" una constante para cada líquido.- "V<sub>S</sub>" puede estimarse aproximadamente a partir del volumen molar del líquido extrapolado al cero absoluto de temperatura y suponiendo que no hay cambio de fase.

Como consecuencia de estos estudios puede establecerse que la viscosidad de un fluido aumenta con la presión aplicada en una proporción tanto más elevada cuanto mayor sea la compresibilidad del mismo.

## REOLOGIA DE LAS PASTAS DE ACEITUNAS

Como se ha indicado anteriormente, una pasta de aceitunas molidas (1) es un sistema muy complejo formado por la coexistencia de un gran número de fases sólidas dispersas en un medio líquido, cuyo conjunto presenta propiedades reológicas de un gel.

A este respecto, conviene recordar que una pasta, que contiene generalmente un 50% de agua y un 22% de aceite, presenta, a pesar de ello, una elevada consistencia (4). Por otra parte un orujo re tiene como mínimo un 4% de su peso de aceite y un 22% de agua, incluso después de haber estado sometido a fuertes presiones.

La naturaleza de las fuerzas que mantienen la consistencia de este gel no está bien establecida; aunque es indudable que en esta consistencia deben desempeñar papeles de importancia tanto los enlaces de hidrógeno (proteínas, pectinas, hemicelulosas) como el simple enredado mecánico de las fibras macromoleculares (55).

En estas condiciones, son difíciles de estimar valores absolutos de magnitudes físicas como viscosidad, ductilidad, consistencia, etc., a causa de la frecuencia con que se presentan deformaciones plásticas o elásticas de corta duración, las cuales desaparecen antes que se alcance un estado de equilibrio suficiente para la realización de las medidas (67).

Martínez Moreno y cols. usando un plastógrafo de la firma "Brabender" han iniciado el estudio reológico de la pasta de aceitunas molidas, comparando el comportamiento de pastas testigo con otras a las que se agregaba un producto tensioactivo (Tensomel G211) en una proporción de un 0,5 %. (68)

Este comportamiento coincide, en líneas generales, con lo que la bibliografía indica para emulsiones y suspensines en medios

acuosos. Esto no es de extrañar, ya que una pasta de aceitunas bien molidas no es más que un sistema polifásico complejo disperso en una fase acuosa continua.

Si la pasta contiene el tensioactivo, tiene lugar un aumento en el frotamiento sólido, sin que varíe apreciablemente el coeficiente de viscosidad. Este comportamiento está de acuerdo con los resultados descritos en otros trabajos (23), (42), según los cuales el tensioactivo queda retenido en su casi totalidad por los sólidos de la pasta molida, sin alterar apreciablemente las características interfaciales de los líquidos que se separan durante la prensada. El mayor rozamiento sólido debe atribuirse al aumento de rigidez que adquiere el gel existente en la pasta molida cuando absorbe un tensioactivo lipofilizante (69).

Sin embargo, dado el pequeño número de ensayos realizados, esta interpretación no puede tener más que un mero carácter informativo.

REOLOGIA DE LA PRENSADA  
=====

Un estudio reológico, con la debida precisión, de los fenómenos que tienen lugar durante la prensada de las pastas (compresiones, cizallamientos, flujo de fases líquidas, etc.) ha de suponer un avance de importancia en las investigaciones físico-químicas relacionadas con la Elayotecnia. Un paso previo indispensable para este estudio es el establecimiento de un modelo analógico, mecánico o eléctrico, en donde se encuentren representados los principales factores, bioquímicos y físico-químicos, que intervienen en la "respuesta" que la pasta de aceitunas molidas ofrece a la "solicitud" provocada por la aplicación de una fuerza al "carga" (70).

Según los estudios realizados hasta la fecha, una pasta puede ofrecer los tres tipos de "respuesta" siguientes:

1º.- Deformación elástica. Esta tiene lugar cuando la "solicitud" mecánica aplicada es de un orden de magnitud muy pequeño. Los resultados experimentales han demostrado que la pasta conserva su elasticidad mientras no ha comenzado la separación de fases líquidas. Una vez que han sido separadas cantidades apreciables de aceite y de alpechín, los efectos de elasticidad quedan prácticamente anulados.

2º.- Desplazamiento de la pasta similar al que presentaría un cuerpo de Bingham ideal situado entre los capachos. Es decir, la pasta se va desplazando sobre el capacho a medida que transcurre la prensada. Al llegar al borde del capacho tienen lugar proyecciones de pasta hacia el exterior del "carga", más o menos violentas según la fuerza que ejerza la prensa en cada momento. (71)

Tal caso suele darse preferentemente cuando se aplica desde el primer momento una "solicitud" muy alta a pastas de los tipos siguientes:

- a.- Procedentes de aceitunas previamente deshuesadas.
- b.- Obtenidas en molino de martillos.
- c.- Sometidas a un dislacerado muy intenso.
- d.- Procedentes de frutos atrojados con mucho aceite-  
"suelto".

3º.- Salida del mosto oleoso de acuerdo con los principios generales que rigen una filtración con torta compresible sobre un soporte parcialmente compresible.

Según numerosas experiencias realizadas, cuando la presión aplicada a la pasta se mantiene constante y se trabaja con muestras de unos 200 g, la cinética de la prensada puede representarse mediante la línea de regresión sobre el tiempo de los volúmenes de mosto separado. Estas líneas se ajustan estadísticamente, con valores de P menores de 0,05, a ecuaciones del tipo siguiente:

$$V = V_a - V_o \cdot \exp(-bt)$$

El significado físico de los parámetros de la ecuación anterior es el siguiente:

" $V_a$ " representa el volumen de mosto que saldría si el proceso cinético a que se refiere la ecuación durase un tiempo infinito.

Como se ha indicado antes, el dislacerado puede dejar grandes cantidades de mosto "suelto". La salida de este mosto no puede atribuirse, en modo alguno, al proceso cinético "de exprimido" que provoca la prensada sobre los sistemas coloidales existentes en la pasta. La diferencia  $V_i = V_a - V_o$  indica el volumen de líquido separado para  $t = 0$ , es decir, el mosto "suelto".

De la ecuación anterior puede deducirse que la velocidad de salida de líquido es, en cada momento, directamente proporcional a la cantidad de dicho líquido existente en la pasta, que

podría separarse de la misma si las condiciones de la prensada durasen un tiempo infinito.

El valor de la constante de velocidad "b" multiplicado por el valor de "Vo" indica la velocidad con que comienza la separación de líquido al aplicarse la presión. A igualdad de otras circunstancias mientras ~~mayor sea~~ "b", más rápida será la operación de prensada.

Resultados similares a los de las experiencias que acaban de exponerse pueden ser obtenidos actuando adecuadamente sobre el modelo analógico mecánico, representado en las figuras 9 a 11, formado por los siguientes elementos simples:

"n", "p", "D", "Z" y "e" son resortes que funcionan de acuerdo con la Ley de Hooke.

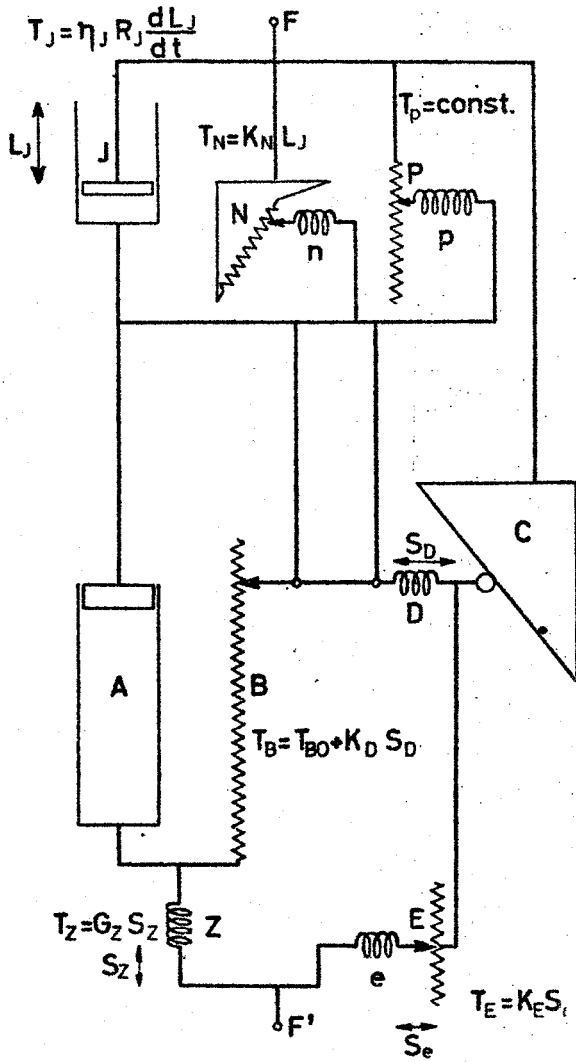
"J" y "A" son amortiguadores formados por un pistón perforado que puede desplazarse sin frotamientos sólidos en el interior de un cilindro conteniendo un fluido newtoniano. El desplazamiento del pistón "J" simboliza la salida del mosto, siendo sus penetraciones proporcionales a las cantidades de mosto separadas.

"P" es un freno con fuerza constante de frotamiento sólido, asociado en paralelo con el amortiguador "J".

"B" es un freno, en paralelo con el amortiguador "A", con fuerza de rozamiento proporcional al acortamiento del resorte "D".

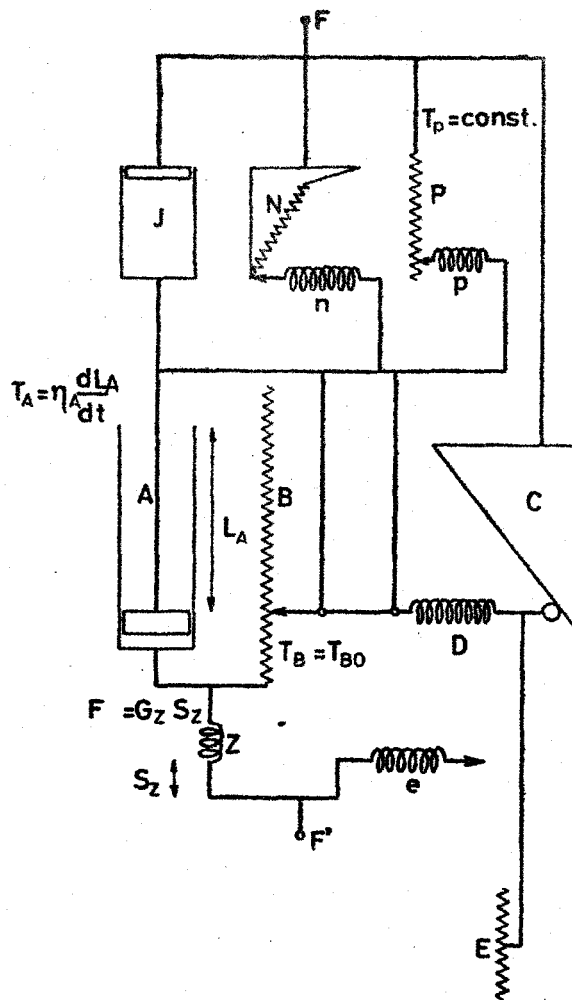
Cada uno de estos frenos impide que fuerzas inferiores a la suya propia provoquen desplazamientos en el respectivo pistón asociado en paralelo.

"N" es un freno asociado en paralelo al amortiguador "J" y con su superficie de fricción en posición inclinada. Como consecuencia de esto, el acortamiento de su resorte "n" y, por tanto, la fuerza de rozamiento sólido serán proporcionales en cada momento a la penetración del pistón "J". La constante de rozamiento " $K_N$ " presenta -



EL MOSTO SE SEPARA

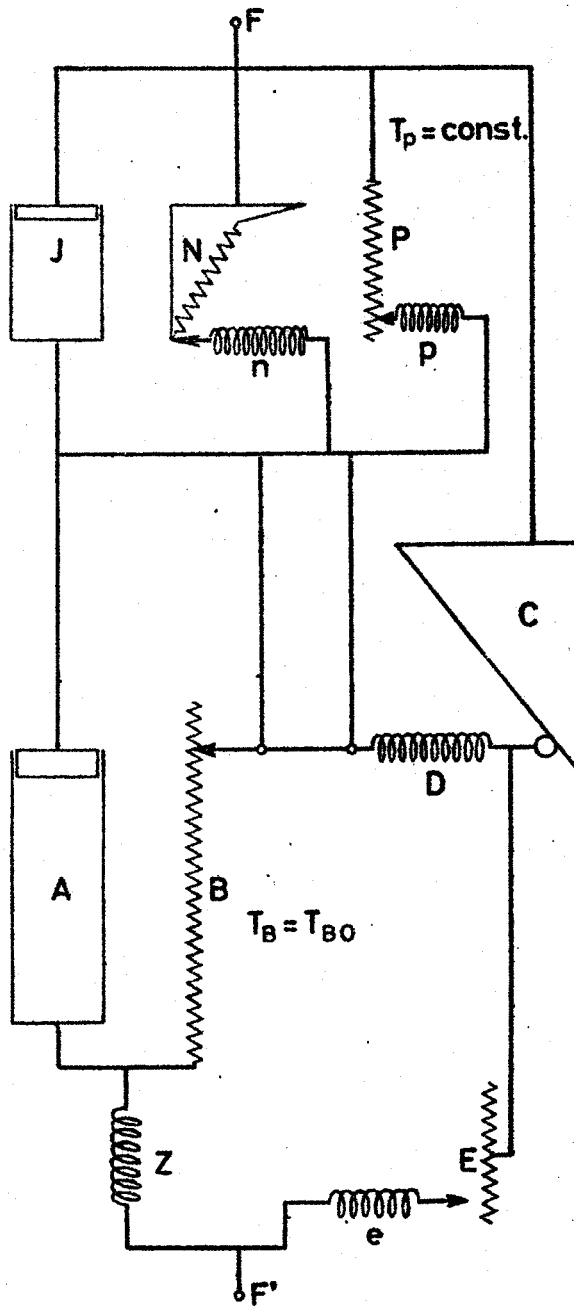
Fig. 11



EL DISCO SE HUNDE SIN SEPARARSE MOSTO

Fig. 10





ESTADO INICIAL DE LA PASTA

Fig. 9

valores crecientes con la "solicitud" aplicada.

"C" es una cuña que, a medida que baja el pistón "J", empuja el resorte "D" con el freneno "B". "E" es un freno que anula el desplazamiento elástico del resorte "Z" en cuanto ha bajado sensiblemente el pistón "J".

Las longitudes " $L_J$ " y " $L_A$ " representan las penetraciones de los respectivos pistones, a partir del momento en que empieza a contarse el tiempo. Los acortamientos de los resortes "e", "Z" y "D" se designan por " $S_e$ ", " $S_Z$ " y " $S_D$ ".

La "solicitud" mecánica se aplica en los puntos "F" y "F'", para ejercer un efecto similar al que ejerce la prensa hidráulica.

La asociación de los elementos simples "A", "B" y "Z" representa el cuerpo de Bingham, que es la pasta molida antes de prensarse. (68)

La asociación de los elementos "D", "C" y "E" simboliza el efecto que la separación del mosto provoca en las características reológicas de la pasta, es decir, pérdida de elasticidad y aumento de los rozamientos sólidos.

La asociación en paralelo de los elementos "J", "N" y "P" esquematiza la distribución de la "solicitud" mecánica durante la salida del mosto. Las ecuaciones reológicas para cada elemento simple del modelo se encuentran indicadas en las figuras correspondientes.

En el caso del amortiguador "J", es preciso considerar que la salida del mosto contenido en una pasta molida es comparable a un proceso de filtración, debiéndose introducir en su ecuación reológica, de acuerdo con la fórmula general de Carman, un factor de resistencia " $R_J$ " que tenga en cuenta la "geometría" de los caminos de

circulación del mosto entre los sólidos de la pasta.

A continuación se considera la equivalencia entre el comportamiento del modelo y los casos encontrados en la práctica:

1º.- Deformación elástica. Si la "solicitud" aplicada "F" es inferior a "T<sub>Bo</sub>" y "T<sub>P</sub>", el único desplazamiento posible es el de tipo elástico debido a la compresión del resorte "Z".

2º.- Desplazamiento de la pasta sin separación de mosto. - Tiene lugar si "T<sub>Bo</sub>" es inferior a "F" y ésta inferior a "T<sub>P</sub>", de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$F = T_{Bo} + \eta_A (dL_A / dt)$$

Es decir, se trata de una simple penetración del pistón "A" a través de un cuerpo de Bingham, equivalente al desplazamiento de la pasta sobre el capacho. Las posiciones de los elementos del modelo que se modifican durante este proceso, en un momento del mismo, están representados en la figura 10.

3º.- Salida del mosto. Si "T<sub>P</sub>" es menor que "F" y ésta inferior a "T<sub>Bo</sub>", tiene lugar el desplazamiento del pistón "J" de acuerdo con la ecuación :

$$F = T_P + K_N \cdot L_J + \eta_J \cdot R_J (dL_J / dt)$$

La solución de esta ecuación diferencial es

$$L_J = L_a - L_a \cdot \exp (-bt)$$

cuyos parámetros valen:

$$b = K_N / \eta_J R_J \quad " \quad L_a = ( F - T_P ) / K_N$$

Si, cuando se empieza a contar el tiempo, ya ha tenido lugar un desplazamiento "Li", la ecuación reológica será:

$$F = T_P + K_N \cdot L_J + K_N \cdot Li + \eta_J \cdot R_J (dL_J / dt)$$

cuya solución resulta ser

$$L_J = L_o - L_o \cdot \exp (-bt)$$

donde los parámetros valen:

$$b = K_N / \nu_J \cdot R_J \quad " \quad Lo = (F - T_P - K_N \cdot Li) / K_N = La - Li$$

El parámetro "La" indica, en todos los casos, el máximo desplazamiento total que, en las condiciones del ensayo, puede alcanzar el pistón "J".

Teniendo en cuenta que los productos de " $L_J$ " y de "Li" por la sección "S" del cilindro representan, respectivamente, el volumen de mosto separado desde que empieza a contarse el tiempo y el volumen de mosto que ya estaba "suelto", la ecuación anterior y las deducidas a partir de los valores experimentales coinciden por completo:

$$Va = S \cdot La \quad Vo = S \cdot Lo \quad Vi = S \cdot Li$$

4º.- Si en algún momento de la prensada "F" es superior a " $T_P$ " y " $T_B$ ", se presentan simultáneamente la salida del mosto y el desplazamiento de la pasta como un cuerpo de Bingham. Variantes de estos casos se han podido obtener en la práctica prensando, de acuerdo con el plan trazado previamente sobre el modelo, pastas preparadas exprofeso.

Es de gran interés indicar que el parámetro "b", constante de velocidad en la cinética de primer orden, presenta en todos los casos estudiados valores que, aunque estadísticamente distintos, corresponden a un mismo orden de magnitud, centésimas de "inversa de minuto".

Esta concordancia se encuentra en operaciones de características muy distintas, efectuadas con pastas de procedencia y preparación diferentes y mediante la aplicación de "solicitaciones" mecánicas de un orden de magnitud muy variable.

La presencia de aceite y alpechín "suelto", el desconocimiento de los cambios que la prensada va ejerciendo sobre la "superficie específica" de la pasta, las variaciones en las viscosidades de las sucesivas fracciones que de las fases líquidas se van separando, la existencia de emulsiones estables, así como otras causas aún no

- bien establecidas, dificultan considerablemente la comparación entre los parámetros de las ecuaciones experimentales y las características de la pasta.

Sin embargo conviene indicar que entre el volumen final de mosto retenido por la pasta y la fuerza total aplicada debe existir una relación similar a la encontrada para las presiones de imbibición en los vegetales. En principio, esta relación sería de la forma

$$V_{\text{ret}} = A \cdot (F - T_p)^{-m}$$

donde "A" y "m" son, respectivamente, una constante y un exponente bastante inferior a la unidad, dependiendo ambos de las características de la pasta. De aquí se deduce para el parámetro "Va" una ecuación

$$V_a = V_t - A (F - T_p)^{-m}$$

donde "Vt" es el volumen total de aceite contenido en la pasta. La fórmula anterior demuestra que el valor de "Va", aunque función creciente de "F", no aumenta proporcionalmente con ella. Tal deducción está de acuerdo con los resultados obtenidos en distintos tipos de experiencias sobre el agotamiento de los orujos. (70)

Las experiencias efectuadas hasta la fecha no son suficientemente numerosas para establecer deducciones cuantitativas sobre los efectos del tipo de molido, de la eficacia del dislacerado, etc., sobre la cinética de separación del mosto. Sin embargo, puede estimarse que el efecto de los capachos u otros soportes de filtración es poco acusado desde un punto de vista reológico.

Los modelos analógicos aléctricos, aunque menos intuitivos que los mecánicos, tienen grandes ventajas sobre éstos, por ejemplo, un menor coste, una mayor facilidad de construcción, una respuesta del circuito casi instantánea a la "solicitud" aplicada y directamente observable en un oscilógrafo y, sobre todo, el poder introducir con rapidez pequeñas variaciones en los valores de los parámetros. -

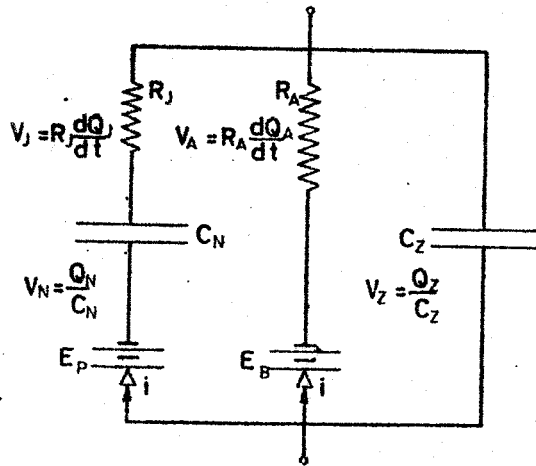


Fig. 12

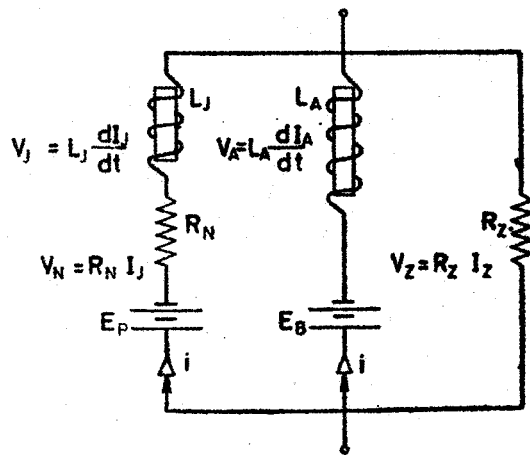


Fig. 13

(El simple giro de un botón cambia a voluntad capacidades y resistencias).

Entre los numerosos esquemas que pueden plantearse, se considera como uno de lo más sencillos e intuitivos el de la figura 12. En este modelo, la diferencia de potencial aplicada desempeña el mismo papel que la "solicitud" en el modelo mecánico, equivaliendo a las cargas eléctricas existentes en cada momento en la capacidad " $C_N$ " a la cantidad de mosto separada hasta dicho momento. Conviene señalar que lo que en el modelo mecánico se encuentra asociado en paralelo aquí lo está en serie.

Las resistencias " $R_J$ " y " $R_A$ " equivalen a los amortiguadores "J" y "A". La capacidad " $C_N$ " al freno "N". La fuerza electromotriz " $E_P$ " desempeña el papel del freno constante "P". La capacidad " $C_Z$ " reemplaza al resorte "Z". La fuerza electromotriz " $E_B$ " equivale al freno "B". Las "i" son rectificadores de corriente que impiden la circulación de las cargas en sentido contrario al de la diferencia de potencial aplicada al conjunto.

Teniendo en cuenta los recursos de que actualmente se dispone para los montajes electrónicos, es fácil diseñar circuitos sencillos para conseguir que la fuerza electromotriz " $E_B$ " aumente con la carga depositada en la capacidad " $C_N$ ", así como todos los demás cambios que puedan ser necesarios en el transcurso de la operación.

Los distintos comportamientos del modelo eléctrico se deducen fácilmente mediante razonamientos análogos a los efectuados en el caso del modelo mecánico.

Si resulta más cómodo el registro de intensidades de corriente que el de cargas, puede emplearse un circuito similar al anterior; pero cambiando las resistencias por autoinducciones y las capacidades por resistencias. En este caso, manteniéndose la correspondencia en

tre tensión eléctrica y fuerza mecánica, las intensidades de corriente equivalen a los desplazamientos de los pistones. En la figura 13 se presenta un modelo de este tipo, en el que la autoinducción " $L_A$ " debe poseer una resistencia óhmica mínima, para que la variación de intensidad con el tiempo sea prácticamente constante. También con este modelo pueden hacerse razonamientos similares a los del mecánico.

En aquellos casos en que los factores energéticos desempeñen un papel de importancia, podrán elegirse modelos que contengan los adecuados elementos de control y registro.



GENERALIDADES SOBRE FILTRACIÓN

Henry Darcy, en 1830, fué el que dió la primera ecuación para el paso de fluidos a través de lechos porosos.(72). Esta ecuación era

$$v = (1 / A).(dV / dt) = K (-\Delta P) / L$$

donde "v" es la velocidad con que se desplaza el fluido respecto a la pared del lecho; "A" la sección de la torta; "V" el volumen de filtrado; "t" el tiempo de salida; "K" una constante; " $\Delta P$ " la pérdida de presión o carga a través de la torta; "L" el espesor de torta depositada y " $\gamma$ " la viscosidad del líquido filtrado.

Es fácil comprender que, a medida que se depositan los materiales separados en la filtración, habrá una variación de la resistencia al flujo y de la velocidad de salida de los líquidos filtrados. Por ello, la ecuación de Darcy sólo se puede aplicar en un instante dado de la operación o para estudios de operaciones totales después de integrada entre límites adecuados.(73)

Más apropiado para el estudio de la filtración resulta admitir que la velocidad instantánea de filtración es directamente proporcional a la presión aplicada (notación = P, en este apartado de la Tesis) e inversamente proporcional a la resistencia al flujo. Esta ley de Fourier o ley universal del flujo ha sido la base de la mayor parte de los estudios dedicados a esta operación unitaria.

Carman (6), (74), admitiendo que el paso de fluidos a través de la torta filtrante tiene lugar en régimen laminar con números de Reynolds muy bajos, dedujo una ecuación de filtración basada en las leyes de Fourier y de Hagen-Poiseuille. Según la primera:

$$(dV / dt) = P / R$$

La resistencia al flujo "R" está formada por la suma de -

"R<sub>1</sub>", resistencia debida al precipitado, y "R<sub>2</sub>", resistencia debida al material filtrante.

La segunda ley permite expresar estas "R" de la siguiente forma

$$R_1 = \alpha_o \eta L / A \quad " \quad R_2 = \beta_o \eta L_o / A$$

donde "L" y "L<sub>o</sub>" son los espesores de la torta y del material filtrante y " $\alpha_o$ " y " $\beta_o$ " dos coeficientes de proporcionalidad.

Teniendo en cuenta que el espesor de torta formada es directamente proporcional al peso de precipitado depositado e inversamente proporcional a la superficie sobre la que se deposita:

$$L = K.W / A$$

donde "W" es el peso del precipitado.

Sustituyendo en la ecuación anterior y haciendo

$$\alpha = \alpha_o K \quad B = \beta_o L_o$$

quedará como ecuación de Carman, referida a peso de precipitado seco o a volumen de filtrado, la expresión siguiente:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{PA^2}{\eta \alpha W + \eta \beta A} = \frac{PA^2}{\eta \alpha w V + \eta \beta A}$$

En esta ecuación " $\alpha$ " es la resistencia específica de la torta depositada y " $\beta$ " la resistencia específica del material filtrante. " $w$ " es la cantidad de precipitado seco que deposita la unidad de volumen del líquido turbio inicial.

El cálculo de " $\alpha$ " se realiza corrientemente (74) a partir de la ecuación de Kozeny:

$$\alpha = \frac{K^1 (1-\xi) S^2}{\xi^3 g \rho}$$

donde " $\xi$ " es la porosidad ( volumen de huecos existente en la unidad de volumen de la torta), " $S$ " la relación entre la cantidad de sólidos presentes en la suspensión y la cantidad total, sólidos más líquidos, de la suspensión original, " $g$ " la aceleración de la grave

dad y " $\rho$ " la densidad de los sólidos.

"K'", conocida como constante de Kozeny, tiene un valor aproximado de 5; aunque Coulson (74) ha puesto de manifiesto que su valor depende de la porosidad, de la forma de las partículas de la torta, de su tamaño, de su orientación, etc.

En la mayoría de los casos, el valor de " $\alpha$ " calculado a partir de esta fórmula es menor que el correspondiente a la realidad. Parece ser que la permeabilidad de los lechos filtrantes resulta menor que la prevista, es decir, que parte de la cantidad del líquido total no realiza movimiento a través de la torta, quedando como parte inerte a los efectos del flujo. Este "volumen inerte", que debería fluir y no lo hace, constituye un aumento en la resistencia a la filtración.

Steinour (6) observó algo parecido estudiando la sedimentación de partículas de forma irregular, encontrando un cierto "volumen inerte" de fluido en el espacio intergranular del sedimento.

Respecto a este "volumen inerte", Ruth (75) y Bolt (76) suponen que se debe a un efecto electrocinético, es decir, a que en las proximidades de las caras del sólido de la torta hay un flujo en sentido contrario al normal, cuya influencia resta caudal a éste. El flujo en oposición puede atribuirse a la adsorción de electrolitos por el sólido que, al formar en su superficie una capa cargada, dificultaría el paso de otros iones. Experimentalmente se ha comprobado que, en la filtración de un líquido turbio conteniendo electrolitos, el filtrado presenta menor concentración de éstos a medida que la operación va progresando. (62)

Para la aplicación correcta de la ecuación de Carman, es preciso tener en cuenta la posible compresibilidad del precipitado. La resistencia específica es una función potencial del tipo

$$\alpha = \alpha' p^{\omega}$$

donde " $\alpha'$ " es la resistencia específica que tendría el precipitado si fuese totalmente incompresible y " $\omega$ " un exponente que suele variar entre 0,05 -(para coadyuvantes de filtración) y un valor algo superior a la unidad para precipitados hipersensibles a la presión (77). Hay que tener en cuenta que el valor de " $\omega$ " depende también de los valores de la presión aplicada. (78)

Grace (79), estudiando compresibilidades de tortas, estableció una correlación entre éstas y el grado de floculación de la suspensión original. Operando con numerosas sustancias específicamente distintas, en un campo de presiones comprendido entre 0,07 y 189 atmósferas, encontró a partir de estas correlaciones valores para superficies específicas, porosidades y velocidades de flujo, coincidentes con los obtenidos por otros métodos. Es condición indispensable para estos cálculos de correlación que el grado de floculación sea controlable.

Una crítica rigurosa de las anteriores consideraciones, sobre la influencia de la presión en la resistencia al filtrado, sugiere la posibilidad de una revisión a fondo de la constancia de los parámetros que intervienen en la fórmula de filtración. La necesidad de esta revisión se deduce fácilmente teniendo en cuenta que la presión aplicada ejerce un efecto de compresión variable en las distintas zonas de la torta. Este efecto es máximo en contacto con el material filtrante y disminuye gradualmente hasta el límite de separación entre la torta y el fluido a filtrar. (80), (81), (82)

Además, en muchos casos, el precipitado obtura total o parcialmente una cierta proporción de los poros del soporte de filtración, dificultando el paso del fluido y haciendo que las resistencias específicas sean funciones del tiempo, incluso en los casos en que el valor de la presión se mantenga constante (81).

## FILTRACIÓN DE LAS SOLUCIONES COLOIDALES

En una solución coloidal existe un equilibrio entre las micelas en suspensión y el medio que contiene disueltos algunos componentes de estas micelas. Bolz y cols. (83) intentaron aislar la solución en equilibrio con las micelas mediante una filtración. La composición del filtrado resulta, en muchos casos muy distinta de la verdadera solución de equilibrio, especialmente cuando existen una alta concentración en coloides y una baja concentración en electrolitos. En estos casos la composición de la solución de equilibrio puede estimarse por interpolación de las composiciones de las distintas fracciones del filtrado.

En el cálculo de la verdadera solución de equilibrio hay que tener en cuenta la posible retención por el filtro de materias coloidales, sobre todo cuando la filtración ha sido larga. No obstante, en las primeras fracciones separadas, la concentración del líquido filtrado es superior a la concentración de la solución primitiva.

La filtración selectiva de coloides a través de distintos tipos de materiales porosos es en la actualidad un método muy usado para estimar pesos moleculares (84) y efectos de floculación y de redispersión (85).

En los trabajos de esta índole sobre proteínas y polisacáridos, suelen emplearse soportes de filtración a base de dextranos (86), agar (87), almidón (88) e incluso granulados de caucho (89).

Hay casos en los que se forman complejos de adsorción entre la proteína y los dextranos del soporte (84). En otras ocasiones, estos dextranos provocan la precipitación de las proteínas, tal vez a causa de que la elevada capacidad de solvatación del dex-

trano deja poco líquido en condiciones de solubilizar la proteína(90

Deryagin y colbs. (91) han demostrado que las películas líquidas de elevada viscosidad, adsorbidas sobre las superficies de los sólidos, desempeñan un papel de importancia en la filtración de líquidos a través de medios que poseen poros finos, alterando considerablemente los valores de la velocidad y del coeficiente de filtración.

La distancia a que empiezan a acusarse las diferencias entre la viscosidad superficial y la viscosidad del interior del líquido aumenta con la longitud de la molécula, alcanzando valores de varias micras en ciertas soluciones de polímeros.

La viscosidad superficial de una solución acuosa disminuye al aumentar la concentración en electrólitos, a causa de un efecto de orientación en las capas líquidas que están en contacto con la superficie sólida.

Si los poros son grandes, estos efectos de viscosidad superficial pueden considerarse nulos.

I I

PARTE EXPERIMENTAL

## A. - A P A R A T O S   Y   T É C N I C A S

=====

PRENSADO.-- En los ensayos industriales se han usado dos tipos de prensas:

A.- Prensa hidráulica de capachos, de 300 mm de pistón, accionada por una bomba de 4 cuerpos, de marcha única y lenta.-- Los capachos son de esparto de unos 85 cm de diámetro. Entre cada dos capachos se prepara una torta de 7 kg de pasta, aproximadamente, distribuída a mano. Se forma un cargo compuesto de 90 tortas de este tipo. La aguja central está perforada. La duración de cada experiencia es de una hora aproximadamente.

B.- Prensa SIMA de 420 mm de pistón, accionada por un motor de 2 HP y dotada de un dispositivo especial que modifica su inyección según las presiones que se alcancen. La regulación y dosificación del cargo se hace automáticamente. El cargo está compuesto por 65 kg de pasta de aceituna y 35 kg de huesos triturados que hacen de drenaje. La duración de la operación es 20 minutos aproximadamente. (15)

En los ensayos de laboratorio se opera en uno de los artificios siguientes:

A.- Prensa EDISA de 1 kg de capacidad, accionada a mano. Los pequeños capachos son de nylon en los que se colocan muestras de unos 140 g de pasta. El cargo lleva 7 tortas. En algunas de las experiencias realizadas, se han situado discos metálicos entre cada tres capachitos. Los rendimientos son, en casi todos los casos, inferiores a los obtenidos en los cargos industriales (18,1% frente a 20,2% de aceite)(23).

B.- Prensada por centrifugación. A continuación se detallan todas las fases de este tipo de operación de laboratorio.



Preparación de la pasta.- Se ha empleado un molino de cilindros estriados para el molido grueso y un triturador de martillos para el molido fino. El dislacerado intenso se obtiene haciendo pasar la pasta seis veces por el molino de cilindros o enplastógrafo Brabender. (68)

Tensioactivos ensayados.- Se han usado los sulfosuccinatos sódicos de di-iso-octilo (notación S-8) y de di-iso-hexilo (notación S-6) puros (22). Además se han empleado tres productos comerciales: Dietanolamida de ácidos grasos de aceite de coco (notación Tensomel), ácido N-coco-aminobutírico (notación Armeen) y un tensioactivo aniónico cuya cadena lipófila es un resto fluocarbonado de fórmula  $C_8F_{17}$  (notación L-1155) que fluidifica la pasta de aceitunas molidas de un modo extraordinariamente acusado(92).

Todos los productos han sido incorporados a la pasta inicial en proporción del 1%, empleándose una batidora de tipo DOR MEYER para conseguir una distribución aceptable.

Para la separación del mosto se procede del modo siguiente: Se colocan cantidades de pasta comprendidas entre 100 y 200 g en tubos de acero inoxidable, de 5 cm de diámetro interior y 14 cm de altura. Sobre la superficie de la pasta, debidamente aplanada, se sitúa un disco de hierro de 50 g de masa y con diámetro dos milímetros inferior al del tubo. Después de un calibrado cuidadoso, se pasan los tubos a una centrífuga INTERNATIONAL, provista de tacómetro. Se ajusta la velocidad de rotación para que la fuerza ejercida por el disco sobre la pasta tenga el valor deseado.

Para alcanzar grandes fuerzas, sobre el disco de hierro se coloca un cilindro del mismo metal, con cabeza troncocónica, de 500 g de masa, efectuándose el centrifugado con grandes precauciones en evitación de peligrosos desequilibrios del sistema en -

rotación. Cuando ha transcurrido el tiempo deseado, se para la centrífuga, se retiran los tubos y se decantan los líquidos separados.

Para reducir errores, se han empleado, en la mayoría de los casos, muestras de 400 g repartidas en dos tubos.

Este método presenta la ventaja de separar, a medida que van saliendo, las dos fases líquidas del mosto, sin necesidad de posteriores centrifugaciones.

Rousseau y Leví de León han propuesto métodos de centrifugación de pastas que conducen a un agotamiento comparable al de una operación de prensada; pero no emplean discos metálicos ni cilindros en la parte superior de la pasta a centrifugar (93).

TOMA Y PREPARACIÓN DE MUESTRAS.- En las operaciones industriales se recogen fracciones de unos 300 ml de mosto, aproximadamente, en distintos momentos de la prensada, elegidos de acuerdo con las indicaciones del manómetro de la prensa.

El mosto se centrifuga durante 15 minutos para separar las fases líquidas y los sólidos que pueda llevar en suspensión. Luego se pasa a una ampolla de decantación donde permanece un tiempo adecuado para que se separen las fases líquidas. Logrado esto, se abre la llave de la ampolla y se deja caer lentamente el alpechín sobre un embudo provisto de un tapón de lana de vidrio, cuya misión es retener la parte sólida que no se hubiese separado por centrifugación. El aceite se recoge por la parte superior de la ampolla.

La preparación de las muestras de orujo se realiza de la forma siguiente:

Prensadas en cargos industriales.- La torta sólida que queda adherida al capacho se fracciona, mediante una navaja, en varias zonas concéntricas que se recogen separadamente. Esto se repite en varios capachos situados a distintas alturas en el cargo.

Prensada en EDISA.- Cada una de las muestras a analizar está formada por la totalidad de una de las pequeñas tortas resultantes de la prensada.

Prensada por centrifugación.- Las muestras a analizar están formadas por todo el contenido del tubo, después de separar las fases líquidas.

Las muestras tomadas de esta manera se someten entonces a un desmenuzamiento previo, lo cual se consigue triturándolas en un mortero de porcelana con la ayuda de una espátula, con el objeto de deshacer lo más posible los aglomerados existentes. Una vez logrado esto se tienen las muestras en condiciones para su análisis.

#### PROPIEDADES DEL ALPECHÍN.-

Medida de la densidad.- Se han usado picnómetros de cinco, diez y quince ml de capacidad. Las medidas se efectúan en termostato a 30°C, tomando como referencia agua destilada.

Medida de la viscosidad.- Los viscosímetros usados son del tipo Cannon-Fenske, pertenecientes a las series 50, 100 y 150, que comprenden un campo de medida de 0,8 a 3,2; 3 a 12; y 7 a 28 centistokes, respectivamente. Las medidas se efectúan en termostato a 30°C. El calibrado de los viscosímetros se realiza con agua destilada.

Dada la sensibilidad del capilar del viscosímetro para los cambios de temperaturas, el valor de la constante se ha rectificado cada diez medidas.

Para estimar el efecto que, sobre la viscosidad determinada para un alpechín, pueden tener los procesos previos de preparación, se opera del modo siguiente:

Se divide un alpechín en tres fracciones. Una de ellas se centrifuga varias veces. Otra porción se filtra repetidamente. A la tercera fracción se aplican los procesos de filtración y centrifuga--

ción. Se determinan las viscosidades en las porciones ya tratadas.

Los resultados de estos ensayos indican que, tanto la centrifugación como la filtración de los alpechines, no afectan sensiblemente la viscosidad de éstos.

En los ensayos realizados centrifugando el alpechín a 110.000 veces la gravedad se presenta un ligero descenso en la viscosidad. A continuación se insertan algunos datos típicos.

<u>Procedencia</u>	<u>Viscosidad del alpechín</u>	
	<u>Sin centrifugar</u>	<u>Centrifugado</u>
Lucena	3,9 cp	3,6 cp
Alcalá	1,5 "	1,3 "
Las Navas	8,3 "	7,3 "

En una operación efectuada con un metafiltro esterilizador se ha observado un ligero descenso en la viscosidad, de 2,82 a 2,70-centipoises.

Separación de las partes coloidal y no coloidal.- A un determinado volumen de alpechín filtrado, 100 ml en todos los casos en que sea posible, se le agrega la cantidad correspondiente de alcohol etílico para transformarlo en un medio alcohólico al 80%. La mezcla así formada se agita fuertemente y se deja en reposo, durante un mes como mínimo, para conseguir la total precipitación de los coloides.- Pasado este tiempo, se separa el precipitado formado, por filtración sobre papel. El precipitado recogido se designará como parte P (parte coloidal precipitada). Los componentes del alpechín solubles en el medio alcohólico constituyen la parte S.

Análisis de la parte coloidal.- La parte P, precipitada y separada en la filtración, se pasa con agua destilada caliente a un matraz, procurando usar para ello un volumen de agua superior al volumen inicial del alpechín. La mezcla, que contiene parte del preci-

pitado sin disolver, se calienta en baño de agua para conseguir la disolución total y, además, para concentrar hasta un volumen igual al del alpechín de partida.

Al líquido así obtenido se le determina la viscosidad y la densidad por los mismos procedimientos que al alpechín original.

Contenido en materia coloidal.- El precipitado alcohólico obtenido de un volumen determinado de alpechín se lleva a una estufa, graduada a  $100^{\circ}\text{C}$ , hasta conseguir peso constante. Del residuo que queda se calculan los g de parte coloidal que corresponden a 100 ml de alpechín original. Ésta será la manera de expresar la "concentración de P" en todos los casos. En las tablas se usará para este valor la notación coloides.

Cenizas.- Una porción de la parte P se lleva a un crisol de porcelana, que se calienta en horno eléctrico provisto de pirómetro. Se determinan las pérdidas de peso para temperaturas de 200, 400, 600, 800 y  $1000^{\circ}\text{C}$ . A partir de estos datos se calculan los porcentajes de cenizas correspondientes a cada temperatura de incineración.

Proteínas.- Una fracción de la parte P, del orden de 0,5g, se coloca en un matraz de digestión y se determina su contenido en nitrógeno siguiendo el método semimicro-Kjeldahl. La cantidad de proteína bruta existente, calculada multiplicando el nitrógeno valorado por el factor 6,22, se expresa en g por 100 ml de alpechín original.

Hemicelulosas.- Una fracción de 0,3 g de la parte de P se hidroliza con 50 ml de  $\text{ClH } 2\text{N}$ , calentando a reflujo durante tres horas. A continuación se neutraliza con hidróxido sódico hasta pH 5. Se filtra, se agrega un ml de solución saturada de acetato de plomo y se lleva a volumen conocido. Después de agitar, se filtra y se recoge el filtrado en un matraz que contiene 0,4 g de oxalato potásico.

La solución así formada se valora con reactivo Fehling, u-

sando como indicador azul de metileno. El resultado se expresa como g de glucosa resultante de la hidrólisis, por 100 ml de alpechín original.

Análisis de la parte no coloidal.- La solución alcohólica, separada de la parte coloidal por filtración, se hierve en un matraz esférico con columna de rectificación hasta eliminar completamente el alcohol. No pueden eliminarse las trazas finales de alcohol empleando una cápsula abierta, por formarse una película sólida en la interfase del líquido con aire no saturado de humedad.

Una vez eliminado el alcohol se lleva la solución al volumen del alpechín original y se le determina la densidad y la viscosidad por los métodos anteriormente descritos.

Contenido en materia no coloidal.- La solución alcohólica-obtenida de un volumen determinado de alpechín se deseca en baño maría, hasta la aparición de un sirupo. Luego se continúa la desecación en estufa graduada a 105°C, donde se mantiene hasta su peso constante, cosa que ocurre después de varios días de permanencia en ella.

La concentración, cenizas y nitrógeno de la parte no coloidal se determinan por los métodos citados anteriormente para la parte coloidal.

Estudio del carácter reológico de aceites y alpechines.- Se sigue el método de rebose, "overflow", de Ostwald y Auerbach (56). Un esquema del aparato se representa en la figura 14.

El líquido fluye, a través de un capilar A, desde el tubo graduado de la bureta hasta un tubo B. Después rebosa cayendo sobre un embudo C. Mediante un cronómetro se van anotando los tiempos que el nivel del líquido tarda en bajar de una división de la bureta a otra.

A partir de los datos obtenidos se calculan las velocidades--

VISCOSIMETRO DE  
OSTWALD Y AUERBACH

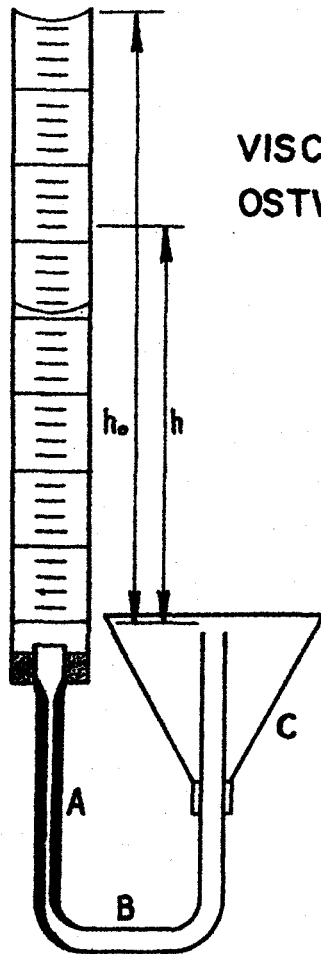


Fig. XIV

des de descenso de los líquidos para cada altura considerada. El carácter newtoniano se estima representando gráficamente la curva de variación de estas velocidades con las alturas correspondientes.

#### PROPIEDADES DEL ACEITE.-

Las medidas de viscosidad, densidad y carácter reológico se han efectuado siguiendo los mismos métodos que para los alpechines.

#### PROPIEDADES DE LOS ORUJOS.-

Los contenidos en humedad y en materia grasa se han determinado siguiendo las normas UNE 55 031 y 55 032. En las tablas se darán estos contenidos referidos a 100 g de orujo seco y desgrasado. La acidez y el índice de yodo de los aceites de orujo separados se estiman de acuerdo con las normas UNE 50 011 y 30 315, respectivamente.

CONSTRUCCIÓN DE UN MODELO ANALÓGICO ELÉCTRICO.- Se ha construido de acuerdo con el que proponen Martínez Moreno y cols. (70).

Es preciso tener en cuenta que solamente se ha montado la parte del modelo correspondiente a la salida del mosto, prescindiéndose de las otras partes que presentan una importancia prácticamente nula para el objetivo buscado con la construcción del modelo. Este objetivo es facilitar la estimación de los parámetros de las ecuaciones de salida del mosto.

En el modelo propuesto por Martínez Moreno, existen dos fuentes de potencial en oposición. Una representa la "solicitud" aplicada a la pasta y la otra " $E_p$ " los rozamientos sólidos de valor constante. En el modelo se ha prescindido de esta segunda fuente de potencial, considerándose que la diferencia de potencial aplicada es la resultante de las dos que existen en el modelo primitivo.

El esquema del modelo se inserta en la figura adjunta. Asimismo se incluyen una foto del conjunto del modelo y otra de la asociación de la capacidad con la resistencia y la lámpara Neon.



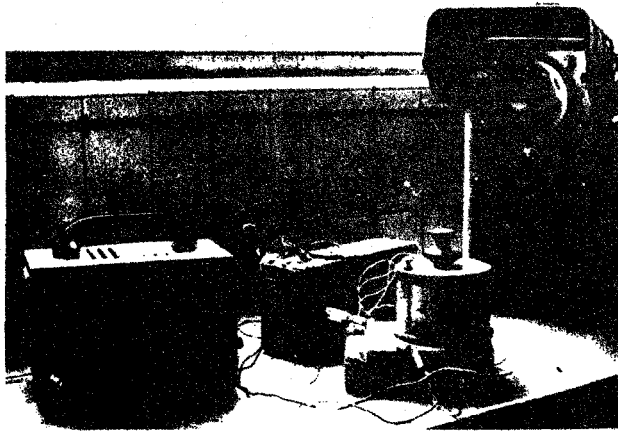


Fig. XVI

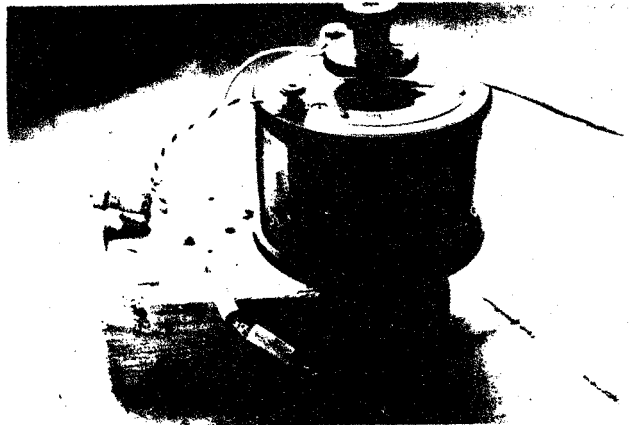
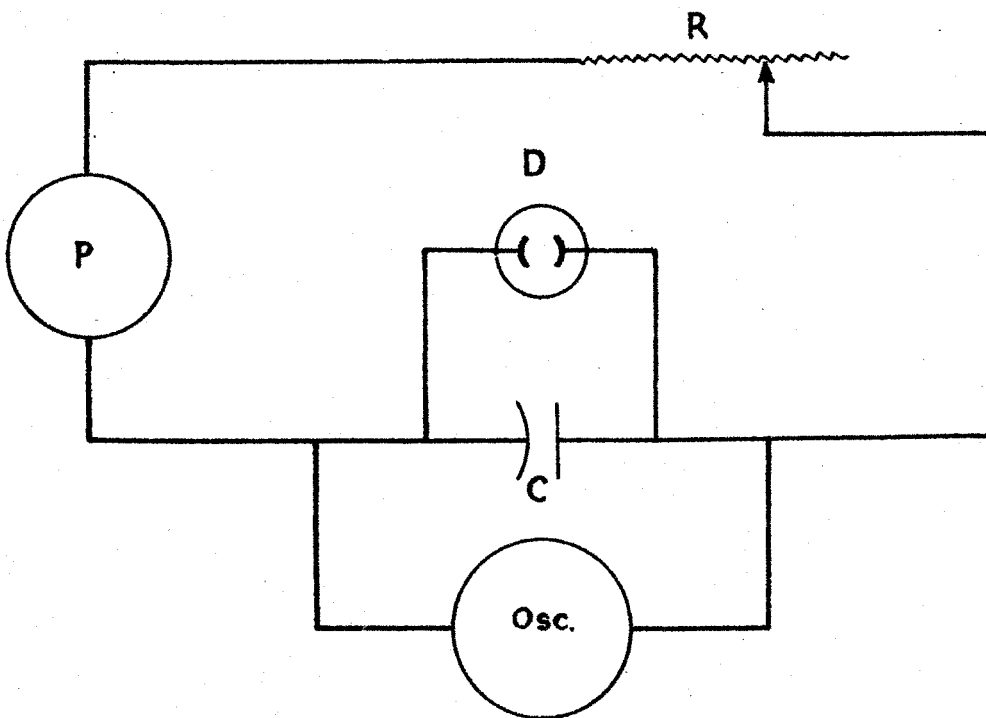


Fig. XVII



Esquema del modelo analógico eléctrico

Fig. XVIII

El modelo está constituido por las siguientes partes:

1.- Una fuente de potencial formada por un transformador-rectificador metálico que se alimenta de corriente alterna de 125V. (P en el esquema).

2.- Una combinación de resistencias, cuyos valores son 0,5; 1,5 y 1,7 megohmios, del tipo usado en radioelectrónica (R en el esquema).

3.- Un condensador plano, metálico y variable, de 185 microfaradios de capacidad máxima (C en el esquema).

Estos tres componentes están montados en serie y tienen la significación de las características de las variables que intervienen en el proceso.

4.- Una lámpara Neon, de descarga máxima a 125 V, conectada en paralelo con el condensador (D en el esquema).

5.- Un oscilógrafo de la firma CORSOR INSTRUMENT LTD, también conectado en paralelo con el condensador que da la forma de la curva de carga del mismo. Esta curva se recoge fotográficamente (OSC. en el esquema).

Empleando distintas resistencias y capacidades, se han obtenido numerosas curvas de variación de carga del condensador con el tiempo.

DETERMINACION DE LOS PARAMETROS DE LA ECUACION DE SALIDA DEL MOSTO. - En todos los casos estudiados, la representación gráfica de los volúmenes de mosto separados en función del tiempo resulta ser una curva exponencial, si la presión aplicada a la pasta se mantiene constante.

Para estimar los parámetros de la exponencial se opera de la forma siguiente:

Mediante tanteos se calcula el volumen "Va" del cual - hay que restar los volúmenes de mosto separado en los distintos momentos, para que la fórmula de regresión, sobre el tiempo, del logaritmo neperiano de esta diferencia sea, con la mayor significación estadística posible, una recta del tipo

$$\ln (V_a - V) = bt + \ln V_o$$

En todos los casos estudiados, la significación estadística encontrada ha sido aceptable, puesto que el valor de "P" estimado ha sido siempre inferior a 0,05.

Como ejemplos se insertan los cálculos efectuados en dos casos típicos de prensadas industriales.

Un caso pertenece a una operación con prensa de cachos y 630 kg de pasta de aceitunas de Alcalá de Guadaíra, efectuada en la Almazara Experimental del Instituto de la Grasa. Se elige 499 como valor de "Va", para el cual la regresión sobre el tiempo de  $\ln (499 - V)$  tiene una probabilidad estadística altamente significativa ( $P = 0,001$ ). Los parámetros de la línea de regresión resultan valer:

$$V_o = 355 \quad : \quad b = - 0,041 \text{ 1/min}$$

Despejando se obtiene la ecuación exponencial

$$V = 499 - 355 \exp (- 0,041 t)$$

El otro caso corresponde al ensayo de notación 34-5 con + prensa SIMA-OMA, inserto en un trabajo de Petruccioli y cols.(94). La ecuación de regresión (con  $P < 0,001$ ) resulta ser

$$V = 10,0 - 8,8 \exp. (- 0,014 t)$$

A continuación se presentan tabulados los valores experimentales y los volúmenes de mosto calculados a partir de las ecuaciones de regresión.

Operación española

<u>Tiempo</u>	<u>Volumen separado</u>	<u>Volumen calculado</u>
15,5 min	300 1.	311 1.
17,5 "	320 "	326 "
19,5 "	340 "	341 "
21,9 "	360 "	355 "
24,9 "	380 "	371 "
30,2 "	400 "	398 "
36,9 "	420 "	422 "

Operación italiana

<u>Tiempo</u>	<u>Volumen separado</u>	<u>Volumen calculado</u>
10 min	2,0 1.	2,4 1.
20 "	3,3 "	3,4 "
30 "	4,3 "	4,3 "
40 "	5,1 "	5,0 "
50 "	5,8 "	5,7 "
60 "	6,4 "	6,3 "

Para mayor facilidad en la discusión e interpretación de los resultados, se expresarán los parámetros de la ecuaciones en la forma siguiente:

"Vi".- Indica el volumen de líquido separado para  $t = 0$ , es decir, el mosto "suelto".

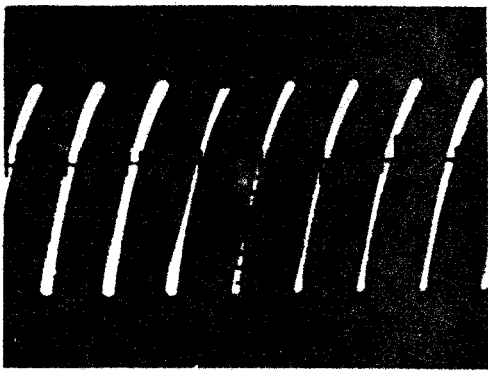
"Vo".- Indica el volumen máximo de mosto que podría separarse durante el proceso cinético en estudio, si éste durase un tiempo infinito.

"to".- Vale  $0,693/b$ , es decir, el tiempo necesario para que se separe la mitad de "Vo".

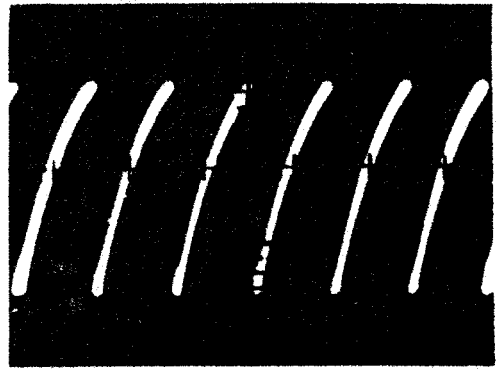
En todas las tablas los valores de "Vi" y "Vo" vienen referidos a 400 g de pasta inicial.

La comparación de la curva experimental con la serie de curvas fotografiadas del modelo analógico permite estimar aproximadamente el valor de la constante de tiempo "to", mediante una simple comparación visual.

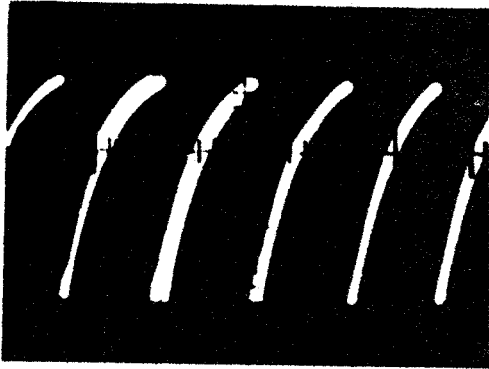
A título informativo se adjuntan fotografías de operaciones de carga del condensador, cuyas constantes de tiempo son proporcionales a distintos valores de "to".



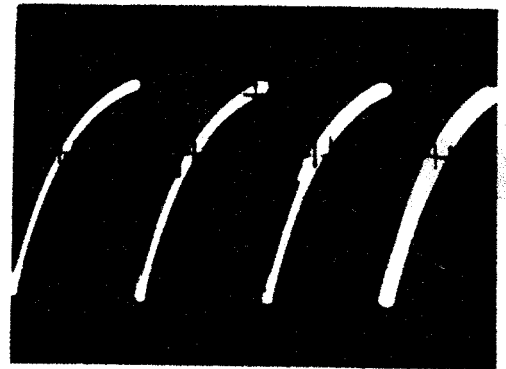
$t_0 = 20$



$t_0 = 25$



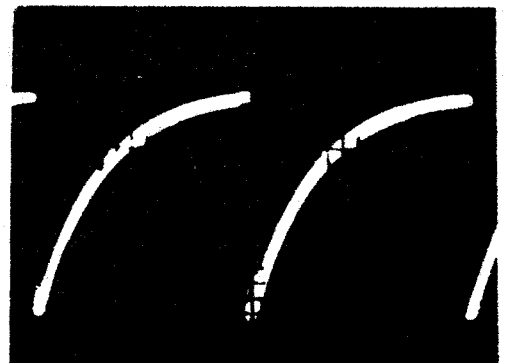
$t_0 = 32$



$t_0 = 40$



$t_0 = 55$



$t_0 = 72$

Fig. XX

B. - RESULTADOS EXPERIMENTALES

VISCOSIDAD Y COMPOSICION DE ALPECHINES  
=====

En las tablas insertas a continuación se presentan los resultados correspondientes a la mayoría de los casos estudiados. Para una mejor comprensión de los mismos, a continuación y en orden alfabético, se detallan las notaciones, necesariamente reducidas por razones de espacio, de la primera columna de cada tabla.

Aceite.- Indica los ml de aceite separados del mosto, correspondientes a cada fracción.

Alpechín.- Indica los ml de alpechín separados del mosto, correspondientes a cada fracción.

Cenizas P.- Indica los g de cenizas correspondientes a 100 g de parte coloidal calcinada a 400°C. (95)

Cenizas S.- Indica los g de cenizas correspondientes a 100 g de parte no coloidal calcinada a 400°C. (95)

Coloides.- Indica los g de parte coloidal correspondientes a 100 ml de alpechín.

Densidad.- Indica la densidad del alpechín expresada en g/ml.

Hemicelulosa.- Indica los g de polisacáridos hidrolizables, expresados como glucosa, correspondientes a 100 g de parte coloidal.

N no proteico.- Indica los g de nitrógeno no coloidal correspondientes a 100 ml de alpechín.

No coloides.- Indica los g de parte no coloidal correspondientes a 100 ml de alpechín.

Presión.- Indica la lectura del manómetro de la prensa hidráulica en el momento en que se recoge la muestra de mosto, en Kg/cm<sup>2</sup>.

Proteínas.- Indica los g de proteína bruta correspondiente a 100 ml de alpechín.

"Solicitud".- Indica el cociente entre los kg-fuerzas aplicados a la pasta durante la centrifugación y el volumen de ésta. Más adelante se discutirán las razones por las cuales se elige este valor.

Viscosidad.- Indica la viscosidad absoluta del alpechín, expresada en centipoises.

Visc. "P".- Indica la viscosidad absoluta de la solución de la parte coloidal en agua destilada, a la misma concentración que existía en el alpechín inicial, expresada en centipoises.

Visc. "S".- Indica la viscosidad absoluta de la solución de la parte no coloidal en agua destilada, a la misma concentración que existía en el alpechín unicial, expresada en centipoises.

OPERACIÓN RC.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas frescas de Alcalá de Guadaíra.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
Presión	0	50	250	300
Densidad	1,034	1,034	1,034	1,034
Viscosidad	17,70	2,22	1,92	1,87
Coloides	2,30	1,54	1,42	1,16
Visc. "P"	2,09	1,15	1,14	1,11
No coloides	7,92	8,60	8,00	8,30
Visc. "S"	1,79	1,34	1,29	1,28



OPERACION L-5.- Muestras tomadas de una operación de almazara con -  
 prensa de capachos y aceitunas frescas de Lucena.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>
Presión	0	10	50	100	150	200	250	300
Densidad	1,06	1,07	1,07	1,07	1,07	1,07	1,07	1,08
Viscosidad	5,06	4,18	2,67	2,40	2,44	2,50	2,64	2,66
Coloides	5,85	5,74	3,55	3,30	3,56	3,57	3,68	3,29
Visc. "P"	1,96	1,71	1,39	1,22	1,24	1,21	1,20	1,25
Proteínas	0,89	0,68	0,41	0,27	0,20	0,26	0,24	0,32
No coloides	15,8	14,6	14,3	14,2	14,2	14,6	15,1	14,3
N no proteico	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Visc. "S"	2,75	2,78	3,88	3,71	3,01	2,46	1,91	1,91

OPERACION PC-7.- Muestras tomadas de una operación de almazara con-  
 prensa de capachos y aceitunas frescas de Puebla de Cazalla.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	0	50	75	100	150	200
Densidad	1,025	1,025	1,025	1,025	1,025	1,022
Viscosidad	2,74	1,76	1,46	1,44	1,38	1,27
Hemicelulosa	41	43	46	54,5	76,6	83

OPERACION H-16.- Muestras tomadas de una operación de almazara con-  
 prensa de capachos y aceitunas frescas de Higuera de la Sierra.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
Presión	0	50	100	200	300
Densidad	1,042	1,043	1,043	1,044	1,038
Viscosidad	5,31	2,58	2,20	2,19	1,94
Coloides	1,51	1,10	1,06	0,98	0,88
Proteínas	0,08	0,05	0,03	0,02	0,01

OPERACION PC-2.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas frescas de Puebla de Cazalla.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	0	40	50	70	100	250
Densidad	1,035	1,035	1,035	1,035	1,035	1,035
Viscosidad	5,47	4,60	3,22	2,69	2,30	1,70
Coloides	1,43	1,52	1,56	1,56	1,61	1,77
Visc. "P"	1,58	1,56	1,40	1,22	1,19	1,17
Proteínas	0,22	0,22	0,22	0,20	0,15	0,14
No coloides	5,52	5,50	5,49	5,46	5,43	5,36
N no proteico	0,09	0,09	0,09	0,09	0,09	0,08
Visc. "S"	1,01		1,02	1,04	1,09	1,14

OPERACION PC-3.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas frescas de Puebla de Cazalla.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	50	100	150	200	250	300
Densidad	1,030	1,027	1,025	1,020	1,020	1,015
Viscosidad	3,40	2,09	2,04	1,67	1,54	1,31
Coloides	1,44	1,31	1,04	1,02	0,84	0,71
Visc. "P"	1,38	1,25	1,10	1,01	0,77	0,72
Proteínas	0,23	0,12	0,06	0,06	0,04	0,03
Cenizas "P"	30,0	26,2	25,0	26,0	30,1	30,8
No coloides	5,22	5,16	5,15	4,99	4,58	4,43
N. no proteico	0,06	0,05	0,04	0,04	0,03	0,03
Visc. "S"	1,18	1,19	1,20	1,21	1,26	1,36
Cenizas "S"	22,5	22,4	22,3	22,5	22,3	24

OPERACIÓN PC-4..- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas atrojadas de Puebla de Cazalla.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	0	25	50	100	125	200
Densidad	1,02	1,02	1,02	1,02	1,04	1,02
Viscosidad	4,64	2,46	2,36	1,96	1,64	1,57
Coloides	1,64	1,63	1,51	1,32	1,31	1,28
Visc. "P"	1,45	1,24	1,07	1,06	1,01	0,95
Proteínas	0,34	0,33	0,30	0,16	0,11	0,04
Cenizas "P"	26,0	26,0	24,5	25,3	25,1	26,7
No coloides	5,50	5,47	5,40	5,32	5,30	5,20
N. no proteico	0,07	0,07	0,07	0,07	0,06	0,05
Visc. "S"	1,03	1,11	1,14	1,23	1,30	1,30
Cenizas "S"	25,4	19,8	19,5	20,0	20,5	20,5

OPERACIÓN PC-6..- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas atrojadas de Puebla de Cazalla.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	0	25	50	100	200	400
Densidad	1,031	1,031	1,031	1,031	1,029	1,029
Viscosidad	4,86	2,70	2,67	1,86	1,51	1,26

OPERACION L-8..- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas frescas de Lucena.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
Presión	0	15	25	100	200
Densidad	1,069	1,069	1,069	1,069	1,069
Viscosidad	5,86	4,30	3,83	2,93	2,62

OPERACIÓN L-9.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas de Lucena atrojadas.

<u>Fracción</u>	<u>Presión</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>
1	0	1,062	4,73
2	15	1,062	3,89
3	25	1,060	3,43
4	50	1,060	2,80
5	100	1,059	2,71
6	200	1,059	2,44
7	225	1,059	2,24
8	300	1,059	1,68

OPERACIÓN L-10.- Muestras tomadas de una operación de prensada con máquina SIMA y aceitunas atrojadas de Lucena.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>
Presión	0	25	50	100	150	400
Densidad	1,061	1,061	1,061	1,060	1,059	1,057
Viscosidad	4,35	3,22	2,82	2,36	1,98	1,74

OPERACIÓN A-11.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa SIMA y aceitunas frescas de Alcalá de Guadaíra.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
Presión	0	50	100	200	300
Densidad	1,084	1,084	1,084	1,084	1,082
Viscosidad	5,59	4,81	3,88	2,89	2,59
Coloides	2,05	1,61	1,50	1,39	1,65
Proteínas	0,099	0,097	0,093	0,090	0,072

OPERACION A-23.- Muestras tomadas de una operación mixta de almazara y laboratorio. Se tomaron los alpechines procedentes de una operación en máquina ALFIN y se centrifugó la misma pasta en el laboratorio.

Laboratorio

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>
"Solicitud"	0,016	0,18	2,5	4,2
Densidad	1,061	1,016	1,061	1,061
Viscosidad	20,90	15,40	8,25	6,92
Alpechín (ml)	30	160	70	30

Almazara

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
Densidad	1,060	1,060	1,061	1,060	1,060
Viscosidad	28,5	33,6	36	36,6	29,0

OPERACION A-15.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio-centrifugando 1045,6 g de pasta de aceitunas de Alcalá de Guadaira-verdes.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
"Solicitud"	0	0,016	0,18	0,38	2,5
Densidad	1,027	1,027	1,028	1,028	1,028
Viscosidad	1,88	1,56	1,62	1,67	1,85
Coloides	0,53	0,56	0,61	0,73	0,58
Proteínas	0,066	0,030	0,008	0,007	0,042

OPERACIÓN A-14.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio - centrifugando 500 g de pasta de caeitunas de Alcalá de Guadaíra - frescas.

<u>Muestra</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
"Solicitud"	0,38	4,2
Densidad	1,060	1,060
Viscosidad	3,05	2,00
Coloides	1,13	1,12
Proteínas	0,027	0,024
Alpechín (ml)	116	115
Aceite (ml)	10	18

OPERACIÓN A-12.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio - en centrífuga, con doce tubos a 200 g de pasta de aceitunas de Alcalá de Guadaíra frescas.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>
"Solicitud"	0,016	0,017	0,18	0,38	4,2	4,2	4,2
Densidad	1,086	1,086	1,085	1,084	1,084	1,084	1,085
Viscosidad	31,60	24,40	19,90	5,20	3,96	3,30	3,40
Coloides	2,82	2,36	2,28	2,20	1,85	1,23	1,20
Proteínas	0,097	0,096	0,061	0,059	0,058	0,031	0,010
Alpechín (ml)	112	150	415	150	128	128	32
Aceite (ml)	180	20	30	20	15	14	6

OPERACION A-13.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio, en centrífuga, llevando paralelamente pasta batidas y sin batir, - de aceitunas de Alcalá de Guadaíra verdes.

La muestra A se toma como testigo. La muestra B ha sido dislacerada a fondo.

<u>Fracción</u>	<u>A</u>		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
"Solicitudión"	0,016	0,18	2,5
Densidad	1,062	1,062	1,062
Viscosidad	3,52	2,70	2,04
Coloides	0,84	0,74	0,70
Proteínas	0,056	0,021	0,020
Alpechín (ml)	70	90	20
Aceite (ml)	0	24	4,5

<u>Fracción</u>	<u>B</u>		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
"Solicitudión"	0,016	0,18	2,5
Densidad	1,062	1,062	1,062
Viscosidad	2,82	2,17	1,85
Coloides	0,73	0,81	1,35
Proteínas	0,038	0,001	0,009
Alpechín (ml)	80	90	20
Aceite (ml)	16	18	4,5

OPERACIÓN L-18.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pastas de aceitunas de Lucena viejas.

La muestra A se toma como testigo. La muestra B ha sido dislacerada a fondo.

<u>Fracción</u>	<u>A</u>		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
"Solicitudión"	0,016	0,18	4,2
Densidad	1,032	1,033	1,034
Viscosidad	6,17	12,76	11,76
Coloides	3,94	7,37	3,54
Proteínas	0,025	0,180	0,084
Alpechín (ml)	13	34	19
Aceite (ml)	5	18	5

<u>Fracción</u>	<u>B</u>		
	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
"Solicitudión"	0,016	0,18	4,2
Densidad	1,033	1,034	1,035
Viscosidad	12,73	36,96	24,54
Coloides	4,88	4,61	3,69
Proteínas	0,107	0,236	0,162
Alpechín (ml)	18	46	15
Aceite (ml)	65	14	4



OPERACION L-17.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando doce tubos con 150 g de pasta de aceitunas de Lucena atrojadas.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
"Solicitud"	0,016	0,18	0,18	0,18	0,18
Densidad	1,032	1,032	1,032	1,032	1,032
Viscosidad	8,93	11,53	11,50	9,80	8,81
Coloides	3,61	4,89	5,50	6,61	6,69
Proteínas	0,074	0,111	0,118	0,105	0,099
Alpechín (ml)	15	43	46	53	54
Aceite (ml)	16	32	13	8	8

OPERACION A-19.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando a presión constante dos tubos a 200 g de pasta de - aceitunas de Antequera.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>
"Solicitud"	0,38	0,38	0,38	0,38	0,38
Densidad	1,038	1,038	1,038	1,034	1,033
Viscosidad	11,70	10,25	9,25	6,52	5,61
Coloides	2,50	2,88	2,94	2,83	2,91
Proteínas	0,098	0,105	0,111	0,099	0,087
Alpechín (ml)	11	22	42	54	69
Aceite (ml)	89	102	108	112	114

OPERACION A-20.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de Antequera.

La fracción 1 se sacó de 8 tubos con pasta sin batir. - La fracción 2 se separó de la pasta residual después de un fuerte-dislacerado. En la columna encabezada con A se presentan los datos correspondientes a la primera fracción de alpechín separada de una muestra que había sido previamente dislacerada a fondo.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>A</u>
"Solicitud"	2,5	2,5	2,5
Densidad	1,041	1,041	1,041
Viscosidad	3,79	3,79	4,55
Coloides	3,37	3,10	3,30
Proteínas	0,181	0,125	0,144
Alpechín (ml)	58	21	32
Aceite (ml)	166	116	107

OPERACION L-21.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando con distinta "solicitud" dos muestras de pasta de aceitunas de Antequera.

<u>Muestra</u>	<u>A</u>	<u>B</u>
"Solicitud"	0,18	4,2
Densidad	1,032	1,032
Viscosidad	19,81	15,64
Coloides	0,57	0,26
Proteínas	0,272	0,149
No coloides	17,8	21,4
N no proteico	1,06	0,13
Alpechín (ml)	10	50
Aceite (ml)	4	30

OPERACION M-22.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de Morón de la Frontera, pasada por molino de martillos.

<u>Fracción</u>	<u>1</u>	<u>2</u>
"Solicitud"	0,38	4,2
Densidad	1,052	1,052
Viscosidad	3,36	3,06
Alpechín (ml)	44	38

OPERACION P-24.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de Pilas, usando detergentes.

<u>Muestra</u>	<u>Testigo</u>	<u>Armeen</u>	<u>Tensomel</u>	<u>S-8'</u>
"Solicitud"	4,2	4,2	4,2	4,2
Densidad	1,082	1,071	1,050	1,061
Viscosidad	1,60	1,71	1,82	1,65
Alpechín (ml)	60	50	50	60
Aceite (ml)	27	22	36	29

OPERACION P-25.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de Pilas con uso de pectolasas, de la firma Grindstedvoerket de Aarhus.

<u>Muestra</u>	<u>Testigo</u>	<u>Pectolasas</u>		
		<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
"Solicitud"	2,5	2,5	2,5	2,5
Densidad	1,041	1,042	1,041	1,039
Viscosidad	4,02	3,01	1,56	1,38
Alpechín (ml)	64	61	60	56
Aceite (ml)	85	81	87	80

Pectolasa A = Pektol and diatom earth-fine-fold. Pectolasa B = Pektolase enzym. Pectolasa C = Pektolase de 10-extra.

OPERACIÓN SJ-26.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de San Juan del Puerto para estudiar la reproductibilidad de los ensayos.

<u>Ensayo</u>	<u>"Solicitud"</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Alpechín</u>
A	0,18	1,028	4,81	32
A	2,5	1,027	3,99	24
A	4,2	1,026	3,56	10
B	0,18	1,028	4,70	29
B	2,5	1,028	4,15	22
B	4,2	1,026	3,56	11
C	0,18	1,028	4,95	24
C	2,5	1,026	4,20	18
C	4,2	1,026	3,87	10
D	0,18	1,028	5,02	30
D	2,5	1,028	4,25	18
D	4,2	1,026	3,87	9

OPERACIÓN L-27.- Muestra tomada de una operación de laboratorio - centrifugando pasta de aceitunas de Lucena sin batir.

<u>Presión</u>	<u>Tiempo</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Alpechín (ml)</u>	<u>Aceite (ml)</u>
0,18	20 min.	1,032	20,83	14	7

Si la pasta se dislacera a fondo, la primera fracción de alpechín separado coagula al centrifugarse.

ESTIMACIÓN DE LA VISCOSIDAD INTRINSECA  
 =====

En las tablas adjuntas se presentan los resultados - de dos operaciones, en las que las diluciones, tanto de las fracciones de alpechín como de las soluciones de las partes coloidal- y no coloidal, se han efectuado con agua destilada.

OPERACIÓN H-16 b.- Diluciones efectuadas con las cinco fracciones de la operación H-16.

Diluciones de la fracción 1

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Proteínas</u>
1,042	5,31	1,51	0,087
1,037	4,56	1,35	0,078
1,033	3,97	1,22	0,070
1,029	3,39	1,10	0,063
1,025	2,75	0,99	0,057
1,021	2,44	0,89	0,051
1,016	2,10	0,80	0,046
1,012	1,88	0,72	0,041
1,008	1,89	0,65	0,037
1,004	1,59	0,58	0,033

Diluciones de la fracción 2

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Proteínas</u>
1,042	2,58	1,10	0,053
1,037	2,34	0,99	0,047
1,033	2,06	0,89	0,043
1,029	2,07	0,80	0,038
1,025	1,85	0,72	0,034
1,021	1,63	0,65	0,031
1,016	1,64	0,58	0,028
1,012	1,52	0,53	0,025
1,008	1,43	0,47	0,023
1,004	1,45	0,42	0,020

Diluciones de la fracción 3

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Proteínas</u>
1,042	2,20	1,06	0,031
1,037	2,33	0,96	0,027
1,033	2,15	0,89	0,025
1,029	2,17	0,78	0,022
1,025	1,79	0,70	0,020
1,021	1,78	0,63	0,018
1,016	1,81	0,56	0,016
1,012	1,62	0,51	0,014
1,008	1,48	0,45	0,013
1,004	1,42	0,43	0,012

Diluciones de la fracción 4

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Proteínas</u>
1,042	2,19	0,98	0,027
1,037	2,06	0,89	0,024
1,033	1,90	0,80	0,021
1,029	1,73	0,72	0,019
1,025	1,82	0,64	0,017
1,021	1,62	0,58	0,015
1,016	1,60	0,52	0,012
1,012	1,44	0,47	0,011
1,008	1,43	0,42	0,010
1,004	1,40	0,38	0,009

Diluciones de la fracción 5

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Proteínas</u>
1,042	1,94	0,88	0,011
1,037	2,05	0,80	0,009
1,033	1,96	0,72	0,008
1,029	1,73	0,64	0,008
1,025	1,73	0,58	0,007
1,021	1,56	0,52	0,006
1,016	1,55	0,47	0,005
1,012	1,64	0,42	0,005
1,008	1,52	0,38	0,004
1,004	1,47	0,34	0,004

OPERACION RC b.- Diluciones efectuadas con las cuatro fracciones de la operacion RC.

Diluciones de la fracción 1

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Visc. "P"</u>	<u>No coloides<sub>n</sub></u>	<u>Visc. "S"</u>
1,034	17,7	2,30	2,09	7,92	1,79
1,021	7,99	1,72	1,75	5,95	1,24
1,011	2,37	1,15	1,32	3,96	1,14
1,001	2,18	0,58	1,03	1,93	0,99

Diluciones de la fracción 2

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Visc. "P"</u>	<u>No coloides</u>	<u>Visc. "S"</u>
1,034	2,22	1,54	1,15	8,60	1,34
1,021	1,48	1,15	1,14	6,45	1,25
1,011	1,23	0,67	1,12	4,30	1,16
1,001	1,04	0,38	1,06	2,15	1,08

Diluciones de la fracción 3

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Visc. "P"</u>	<u>No coloides</u>	<u>Visc. "S"</u>
1,034	1,92	1,42	1,14	8,00	1,29
1,021	1,38	1,07	1,12	6,00	1,20
1,011	1,23	0,71	1,09	4,00	1,14
1,001	1,07	0,35	1,06	2,00	1,09



Diluciones de la fracción 4

<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>Coloides</u>	<u>Visc. "P"</u>	<u>No coloides</u>	<u>Visc. "S"</u>
1,034	1,87	1,16	1,11	8,30	1,28
1,021	1,31	0,87	1,06	6,30	1,23
1,011	1,11	0,58	1,05	4,15	1,12
1,001	1,03	0,29	1,02	2,08	1,08

VISCOSIDAD Y COMPOSICIÓN DE ACEITES  
 =====

En las tablas insertas a continuación se presentan los resultados correspondientes a una serie de casos típicos. El número de orden de cada fracción de aceite indica el orden en que fueron separándose del cargo durante la prensada.

OPERACIÓN Z-1.— Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas frescas de Mairena.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>I. acidez</u>	<u>I. yodo</u>
1	0,914	83,7	0,67	87,0
2	0,914	85,2	0,80	89,2
3	0,913	82,2	0,75	86,6
4	0,914	82,5	0,82	89,3
5	0,914	88,2	0,94	85,2
6	0,914	87,3	0,92	88,8
7	0,914	86,1	1,05	89,2

OPERACION Z-2.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas de Alcalá de Guadaíra atrojadas.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>I. acidez</u>	<u>I. yodo</u>
1	0,913	83,7	1,56	81,9
2	0,913	98,2	2,14	82,5
3	0,913	98,0	2,20	82,7
4	0,913	98,7	2,64	80,2
5	0,913	99,2	2,72	82,2
6	0,913	98,7	2,85	81,9
7	0,913	100,0	2,91	82,0
8	0,913	100,0	3,11	82,3

OPERACION Z-3.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas frescas de Lucena.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>
1	0,914	98,8
2	0,914	98,2
3	0,914	98,3
4	0,914	98,5

OPERACION Z-4.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas frescas de Las Navas.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>
1	0,914	95,6
2	0,914	92,0
3	0,914	95,0
4	0,914	96,8

OPERACION Z-5.- Muestras tomadas de una operación de almazara con prensa de capachos y aceitunas de Alcalá de Guadaíra muy atrojadadas.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>I. acidez</u>	<u>I. yodo</u>
1	0,911	94,9	0,42	86,0
2	0,910	87,9	1,35	81,7
3	0,914	85,8	5,74	92,7
4	0,910	87,9	6,63	90,0

OPERACION Z-5.- Muestras tomadas de una operación de laboratorio centrifugando pasta de aceitunas de Mairena frescas.

<u>Fracción</u>	<u>Densidad</u>	<u>Viscosidad</u>	<u>I. acidez</u>	<u>I. yodo</u>
1	0,913	94,3	0,41	81,1
2	0,913	95,0	0,50	81,7
3	0,913	96,2	0,57	80,5
4	0,916	100,1	1,20	82,1

CARÁCTER REOLÓGICO DE ACEITES Y ALPECHINES

En la tabla adjunta y en la figura XXI, se detallan los resultados obtenidos para un aceite y un alpechín en ensayos típicos de flujo con gradiente de presión, según el método de Ostwald y Auerbach.

Como dato comparativo se incluye la serie de valores obtenidos en un ensayo realizado con agua destilada.

<u>Altura</u>	<u>Gasto agua</u>	<u>Gasto aceite</u>	<u>Gasto alpechín</u>
95 cm	1,56 ml/seg	0,0410 ml/seg	1,197 ml/seg
85 "	1,47 "	0,0324 "	1,090 "
75 "	1,28 "	0,0290 "	1,038 "
65 "	1,22 "	0,0268 "	0,895 "
55 "	1,11 "	0,0229 "	0,798 "
45 "	0,96 "	0,0157 "	0,629 "
35 "	0,81 "	0,0142 "	0,517 "
25 "	0,64 "	0,0110 "	0,401 "
15 "	0,48 "	0,0072 "	0,275 "
5 "	0,26 "	0,0036 "	0,147 "

En los 15 casos estudiados, las líneas de regresión del gasto, sobre la altura del nivel del líquido, son rectas con un alto grado de significación ( $P < 0,001$ )

Las alturas indicadas anteriormente son lecturas de bureta, siendo preciso sumarle una cantidad, distinta en cada caso, para tener magnitudes directamente proporcionales a las presiones.

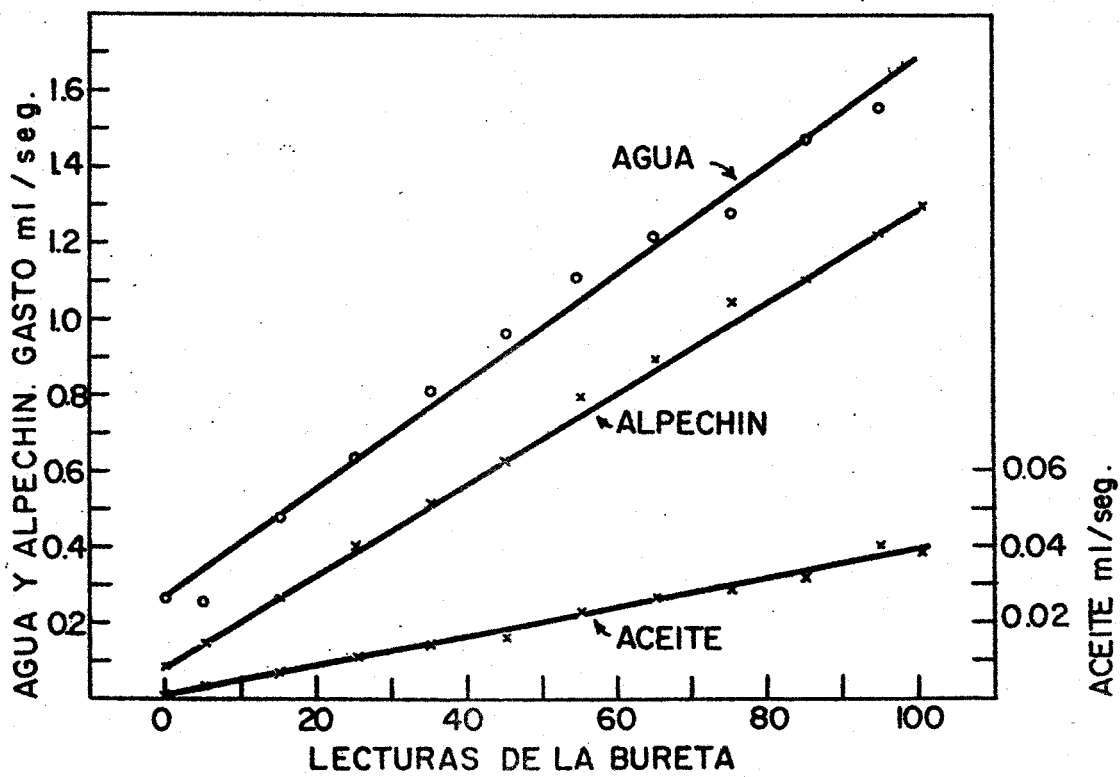


Fig. XXI

ESTIMACIÓN DE LA "SOLICITACIÓN" APLICADA

Hay que tener muy en cuenta que la "solicitud", el "shearing stress" de los ingleses o "contrainte" de los franceses, no es, en el caso que nos ocupa, la presión aplicada a la pasta.

La aplicación de una presión gaseosa del orden de los 60 kg/cm<sup>2</sup>, durante varias horas, a muestras de 1 kg de pasta molida no produce separación alguna de fases líquidas, ni altera su comportamiento durante una posterior prensada entre capachos,

La verdadera "solicitud" será "la fuerza que actúa por cada unidad de la superficie sobre la cual tiene lugar el desplazamiento de las fases líquidas y de las partículas sólidas que éstas llevan en suspensión", es decir, sobre una gran parte de la extensión total del conjunto de interfases existentes en la pasta molida (96).

La extensión que de esta superficie tiene la unidad de volumen de una pasta, a la que puede designarse como "superficie específica" de acuerdo con el término usado en las teorías sobre molido y filtración (97), no es fácil de estimar con exactitud a partir de datos histológicos de los frutos, basados en observaciones de microscopía óptica o electrónica, según se comprende fácilmente.

El valor de la "superficie específica" de una pasta molida, depende de numerosos factores. Además de la procedencia de las aceitunas, de su grado de madurez y del tiempo de atrojado, las operaciones preparatorias de la prensada (tipo de molienda, intensidad del dislacerado y del batido, etc.) intervienen muy considerablemente. Por tanto, la aplicación de una misma fuerza a masas iguales de pasta distintas, aun procediendo de una misma partida de aceitunas, puede conducir a "solicitaciones" de muy diferente magnitud. (98)

Ahora bien, si puede admitirse la existencia de extensiones interfaciales del mismo orden de magnitud en cada mililitro separado de una porción de pasta de aceitunas que posea una adecuada homogeneidad. (A este respecto, no hay que olvidar que algunas de las operaciones preparatorias de la prensada, al dejar libre grandes cantidades de aceite, reducen considerablemente la homogeneidad de la pasta)(8).

En una primera aproximación, es aceptable suponer que "dos porciones de una misma pasta estarán sometidas a tensiones de formadoras de igual orden de magnitud, cuando sean iguales los cocientes entre las fuerzas aplicadas a dichas porciones y los volúmenes de las mismas". De acuerdo con esto, para una serie de ensayos con porciones de una misma pasta en los tubos de la centrífuga antes descritos, los valores de la "solicitud" pueden estimarse crecientes con los valores del cociente entre la fuerza aplicada y el volumen de pasta sobre la que esta fuerza se aplica.

OPERACIONES DE PRENSADA POR CENTRIFUGACIÓN

=====

En las tablas insertas a continuación se presenta un resumen de casos típicos, elegidos entre un total de 87. Conviene tener muy presente que, como cada operación está efectuada con pastas de aceitunas de procedencia o de grados de maduración diferentes, sólo son comparables los resultados de los ensayos correspondientes a una misma operación.

En todos los casos que a continuación se presentan, las "solicitaciones" máximas aplicadas en cada operación han sido ligeramente inferiores a aquéllas por encima de las cuales la pasta deja de ser un medio de filtración, para comportarse como un cuerpo de Bingham, en el cual se hunde fácilmente el disco metálico que aplica la "solicitud".

Como datos informativos se insertan en todas las operaciones, en la columna "aceite", los gramos de aceite separados de cada 100 g de pasta inicial, al cado de una hora de prensada.

OPERACIÓN H-9.- Aceitunas de Morón de la Frontera. Molido en triturador de martillos. Se incorpora un 0,6% del tensioactivo. "Solicitud" 0,5 kg/ml. (Fig. XXII)

<u>Tratamiento</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
Testigo	0	190	32	4
S-8	0	210	32	9
Tensomel	0	230	33	14
Armeen	0	220	33	11



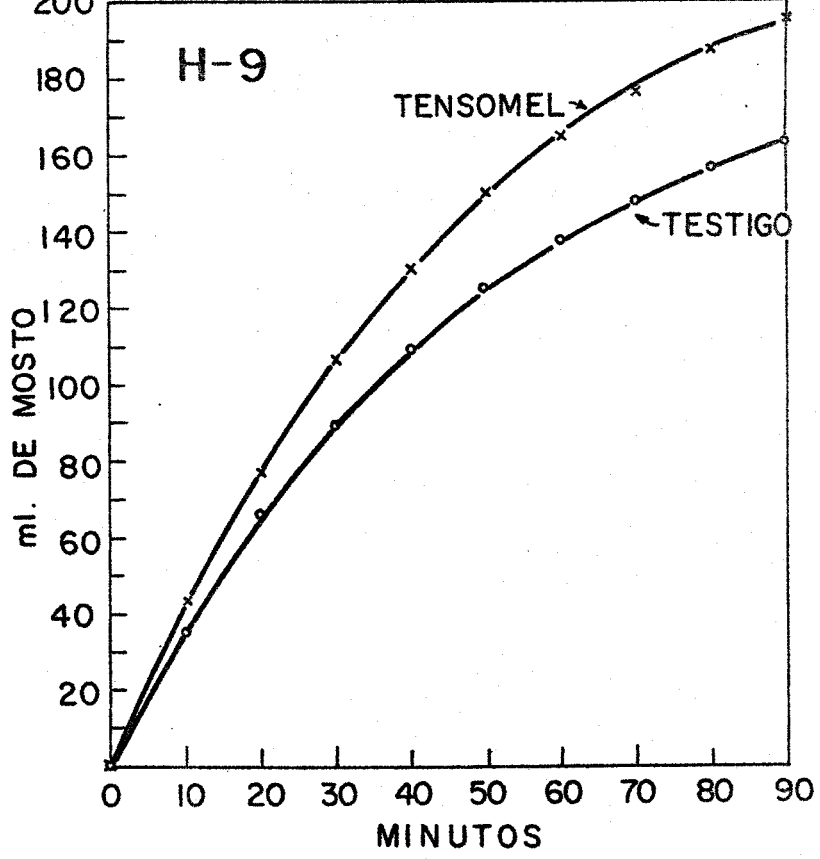


Fig. XXII

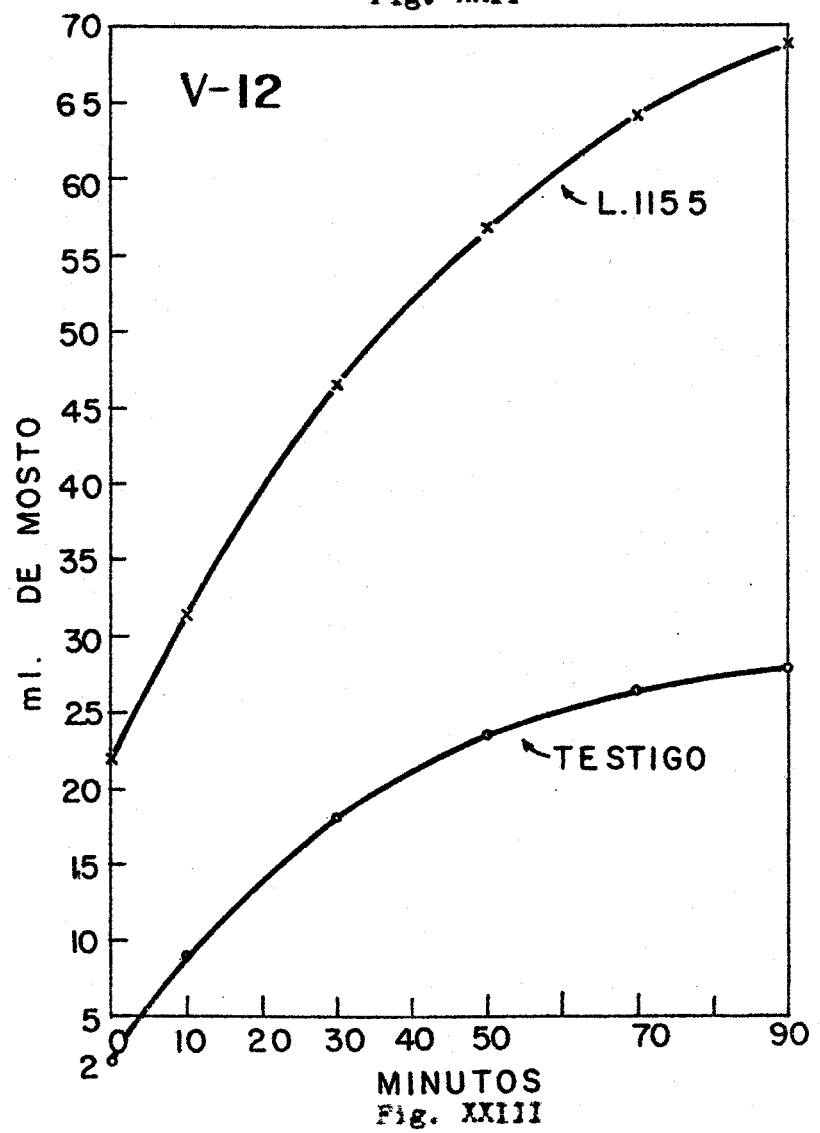


Fig. XXIII

OPERACION X-3.- Aceitunas de Antequera. Molido en triturador de cilindros. Se incorpora un 0,5% del tensioactivo. "Solicitud" - 0,5 kg/ml.

<u>Tratamiento</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
Testigo	18	102	30	12
S-6	0	165	30	16
S-8	8	162	33	16
Tensomel	5	165	30	18

OPERACION V-12.- Aceitunas de Lucena. Molido en triturador de cilindros. Se incorpora un 0,5% del tensioactivo. "Solicitud" - 0,3 kg/ml. (Fig. XXIII)

<u>Tratamiento</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
Testigo	2	28	24	4
L-1155	22	58	38	8

OPERACION P-3.- Aceitunas de Alcalá de Guadaíra. Molido en triturador de cilindros. Se ensaya el efecto del dislacerado. "Solicitud" 0,5 kg/ml. (FIG. XXIV)

<u>Tratamiento</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
Testigo	0	130	29	14
Dislacerada	14	151	35	23

OPERACION X-8.- Aceitunas de Antequera. Molido en triturador de cilindros. Se ensaya el efecto del dislacerado. "Solicitud" - 0,5 kg/ml.

<u>Tratamiento</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>t</u>	<u>aceite</u>
Testigo	28	102	43	7
Dislacerada	65	100	41	12

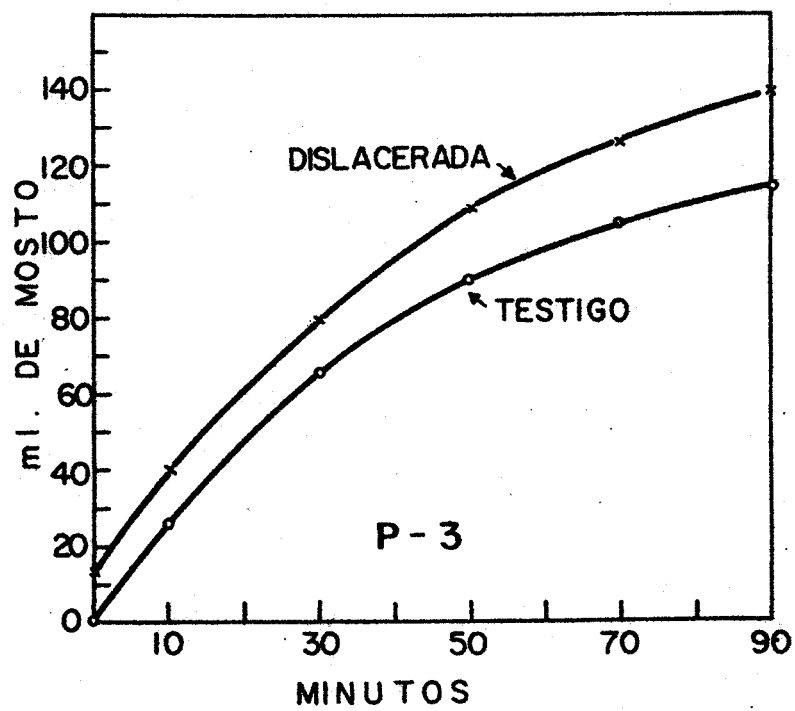


Fig. XXIV

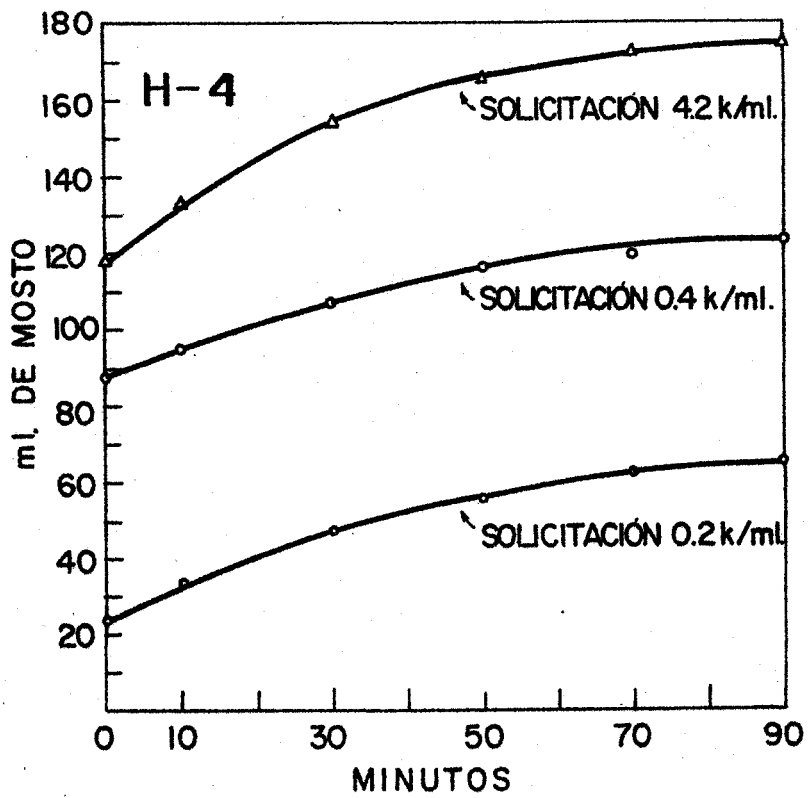


Fig. XXVI

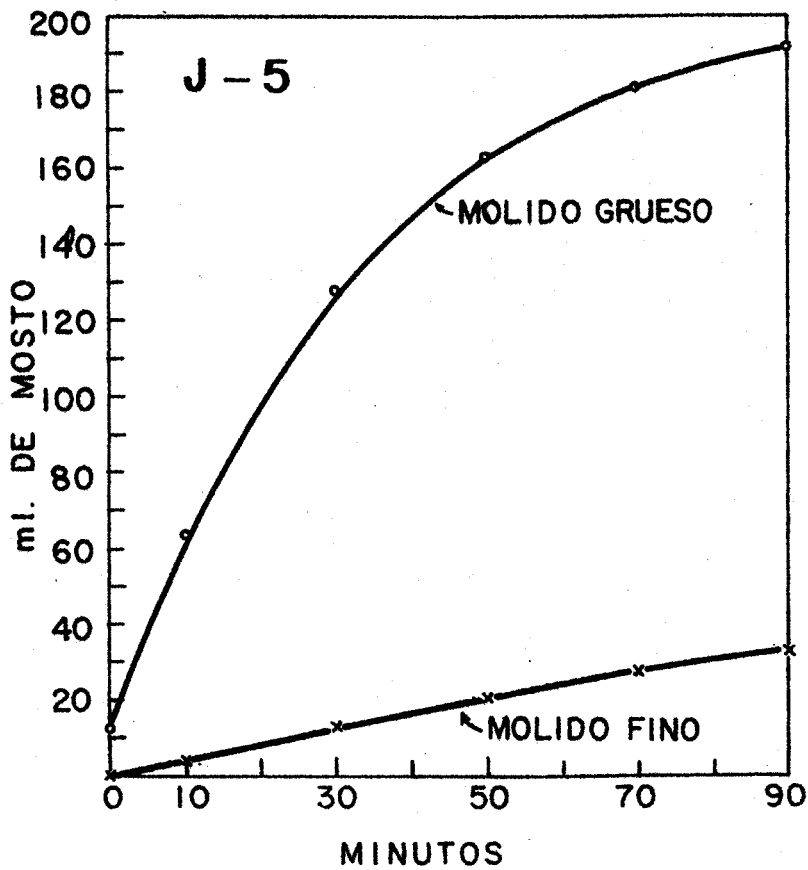


Fig. XXV

OPERACIÓN A-N.- Aceitunas de Morón de la Frontera. Molido en triturador de cilindros. Se ensaya el efecto de la "solicitud" aplicada.

<u>"Solicitud"</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
0,02 kg/ml	5	94	19	2
0,2 "	51	82	23	4
0,4 "	102	121	18	7
2,5 "	81	173	27	9
4,2 "	116	133	26	12

OPERACIÓN A-D.- Aceitunas de Alcalá de Guadaíra. Molido en triturador de cilindros. Se ensaya el efecto de la "solicitud" aplicada.

<u>"Solicitud"</u>	<u>Vi</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
0,02 kg/ml	0	187	50	4
0,2 "	63	160	22	5
0,4 "	48	167	19	6
3,3 "	93	128	19	10

OPERACIONES S-A-F. La penetración del disco de hierro a través de la pasta se evita si se comienza la prensada aplicando una "solicitud" muy pequeña, durante un período de tiempo suficiente para que todo el "mosto suelto" se separe. Luego se puede ir su- biendo lentamente la "solicitud", hasta alcanzar valores muy elevados, sin que el hundimiento tenga lugar.

En estas condiciones, puede estudiarse la cinética de la última fase de la prensada, provocada por una "solicitud" constante y de valor muy elevado. A continuación se insertar los resultados para una serie de casos típicos, en los que, como era de esperar, los valores de "Vi" resultan siempre iguales a cero.-

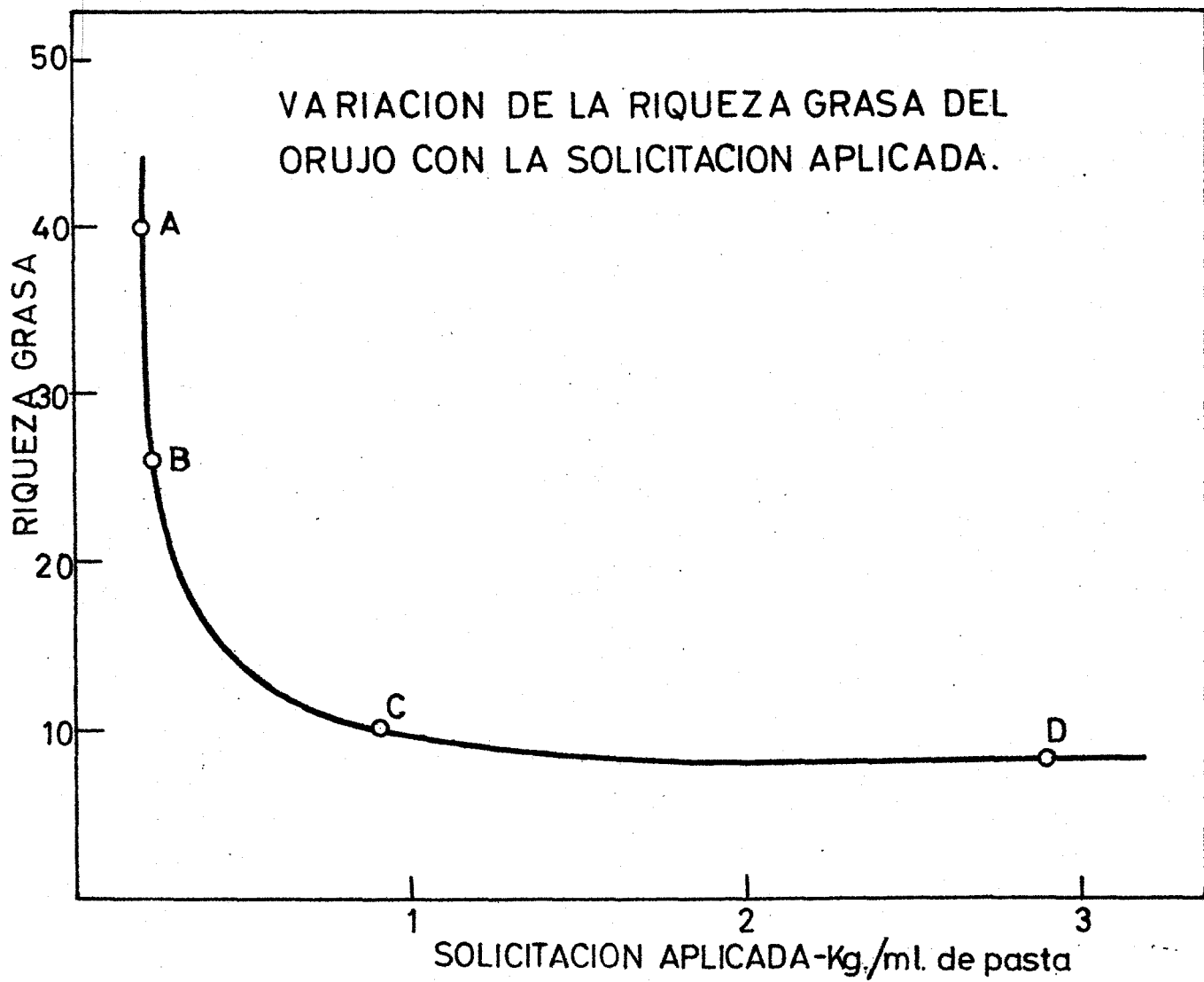


Fig. XXVII

Conviene indicar que cada operación está realizada con -  
aceitunas de diferentes partidas.

<u>Procedencia</u>	<u>Duración fa- ses iniciales</u>	<u>"Solicitud" final</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>	<u>aceite</u>
Morón	90 min.	4,2 kg/ml	228	43	0
Morón	75 "	4,2 "	104	28	0
Alcalá	35 "	4,2 "	168	27	9
Alcalá	60 "	2,5 "	104	38	10
Alcalá	90 "	2,5 "	200	35	12
Alcalá	50 "	4,2 "	220	29	10
Alcalá	60 "	2,5 "	180	38	10
Morón	90 "	2,6 "	160	30	8
Alcalá (º)	130 "	4,2 "	36	43	0
Alcalá (º)	75 "	4,2 "	180	27	0

(º) Estas dos operaciones están efectuadas con aceitunas de una misma partida. La de "Vo" = 180 fué molida en cilindros y -  
la de "Vo" = 36 procede de un triturador de martillos.

OPERACIÓN P-I..- En esta serie de ensayos se ha estudiado la varia-  
ción del grado de agotamiento de una pasta en función de la "soli-  
citación" a que ésta ha sido sometida. En la figura XXVII se pre--  
senta una curva típica, que resulta ser de la misma forma que la -  
correspondiente a la "presión de imbibición" de ciertos vegetales.  
En todas las experiencias realizadas siguiendo la técnica de cen--  
trifugación se han encontrado curvas muy similares.

Conviene advertir que en las ordenadas se indica la can-  
tidad de grasa que queda unida a 100 g de orujo final seco y des--  
grasado.

ENSAYOS DE REMOLIDO  
=====

En ciertas ocasiones, cuando el proceso de centrifugación ya no separa más aceite, ni aumentando la "solicitud" aplicada, ni centrifugando durante más tiempo, se ha procedido de la siguiente forma:

Se saca la pasta, aparentemente agotada, de los tubos de la centrífuga y se dislacera a fondo con las paletas en sigma del Plastógrafo Brabender (68) o en el molino de cilindros estriados. Se vuelven a llenar los tubos con la pasta ya dislacerada y se les aplica una "solicitud" de 2,0 kg/ml, durante 15 minutos. Se retira el mosto separado. Se centrifuga otros 15 minutos sin que se logre la separación de nuevo aceite.

A continuación se repite todo el proceso descrito en el párrafo anterior, obteniéndose una cierta cantidad de aceite en los 15 primeros minutos de centrifugación y nada en centrifugaciones posteriores.

En la tabla adjunta se insertan los resultados obtenidos en una serie de casos típicos. Las cantidades de aceite separadas se refieren siempre a 100 g de pasta inicial.

<u>Tipo de aceitunas</u>	<u>Aceite separado</u>		
	<u>En centrifugaciones corrientes</u>	<u>Después del remolido 1º</u>	<u>Después del remolido 2º</u>
Las Navas, frescas	13,4	1,9	1,3
Las Navas, normales	15,4	3,3	0,6
Lucena, frescas	19,3	1,5	1,8
Lucena, normales	19,6	4,3	0,7
Lucena, muy secas	26,8	5,4	1,3



OPERACIONES DE PRENSADA EN ALMAZARA  
=====

En las tablas insertas a continuación se presenta un resumen de casos típicos correspondientes a la última fase de la prensada.

En la primera tabla se indican las características de cada operación. En la segunda se presentan los datos reológicos calculados.

Los ensayos de notación C, D, E y F corresponden a operaciones efectuadas en Italia, detalladas de un trabajo de Petruccioli y cols.(94). Las de notación IG corresponden a operaciones efectuadas en la almazara experimental del Instituto de la Grasa, siendo comparables entre sí los ensayos que presentan notaciones con la misma letra inicial.

<u>Notación</u>	<u>Tipo de prensa</u>	<u>Método</u>
C-1	SIMA-OMA	Clásico. Prensa de 300 mm
D-3	Rapanelli	Clásico. Prensa de 400 mm
E-1	SIMA-OMA	Molino-batidora-prensa de 300 mm
E-5	SIMA-OMA	Molino-prensa de 300 mm
E-7	SIMA-OMA	Molido a fondo-batidora-prensa 300 mm
F-6	SIMA-OMA	Molido-batido-prensa de 400 mm
F-7	SIMA-OMA	Molido a fondo-prensa de 400 mm
F-12	SIMA-OMA	Molido a fondo-batido-prensa 400 mm
F-15	Rapanelli	Molino-batidora-centrífuga-prensa
A-IG-1	Chico	Capachos Disinfin. Prensa de 300 mm
A-IG-2	Chico	Capachos de esparto . Prensa de 300 mm
B-IG	Pieralisi	Clásico. Prensa de 400 mm
C-IG	SIMA	Clásico. Prensa de 420 mm
D-IG	Chico	Clásico. Prensa de 300 mm

<u>Notación</u>	<u>Duración fa- ses iniciales</u>	<u>Vo</u>	<u>to</u>
C-1	46 min	19	21
D-3	83 "	36	22
E-1	42 "	11	40
E-5	46 "	17	36
E-7	47 "	28	34
F-6	60 "	43	46
F-7	59 "	48	44
F-12	58 "	39	60
F-15	52 "	24	44
A-IG-1	45 "	35	32
A-IG-2	40 "	37	33
B-IG	10 "	18	33
C-IG-1	4 "	31	37
C-IG-2	4 "	47	12
C-IG-3	4 "	59	11
D-IG-1	40 "	42	20
D-IG-2	40 "	50	13

Las operaciones de notación C-IG son replicados de operaciones que contenían 35 kg de hueso por cada 65 kg de pasta (15).

Las operaciones de notación D-IG han sido efectuadas una a continuación de la otra, trabajándose "a igualdad de condiciones almazareras".

DISTRIBUCIÓN DE ESFUERZOS MECÁNICOS DURANTE LA PRENSADA  
=====

La mejor forma de estudiar la distribución de "solicitaciones" en las diversas zonas de un cargo, durante los distintos momentos de su prensada, consiste en ir recogiendo aisladamente los mostos que van separándose de las porciones de pasta situadas en cada zona. Este método resulta costoso y perturba considerablemente la marcha normal del trabajo en la almazara. Por tanto, no se ha estimado conveniente utilizarlo en la primera etapa de experiencias.

Esta etapa ha consistido en estimar el grado de homogeneidad de orujos resultantes de operaciones industriales en prensas de capachos. Para ello se han determinado riqueza grasa y humedad en porciones de orujo tomadas en distintas posiciones del cargo, tanto en altura como en distancia a la aguja central de la prensa.

Para estudiar la homogeneidad durante las etapas intermedias de la prensada, es preciso interrumpir la operación con el consiguiente perjuicio económico. Por tanto, los primeros ensayos se han efectuado en muestras de 1 kg en la prensa EDISA, dándose por terminada cada operación en el momento estimado conveniente, de acuerdo con la cantidad de mosto separada hasta entonces. Estas operaciones permiten el análisis de la totalidad de cada una de las pequeñas tortas situadas entre los capachos, eliminándose así el error de toma de muestra.

OPERACIONES EN PRENSA DE LABORATORIO  
 =====

En las tablas adjuntas se presentan los resultados correspondientes a cuatro operaciones típicas efectuadas a escala de laboratorio.

En la nomenclatura de las muestras, la numeración de las mismas se comienza siempre por la parte superior del cargo, por lo cual el número más alto corresponderá a la muestra tomada de la parte inferior del mismo.

OPERACIÓN B-1.- Aceitunas de Lucena. Prensa EDISA, sin discos metálicos. Presión final muy baja.

<u>Orden de altura en el cargo</u>	<u>Riqueza grasa</u>	<u>Humedad</u>	<u>Acidez</u>	<u>Indice de yodo</u>
1	24,5	46,7	1,4	83,2
2	23,6	45,1	1,2	83,5
3	20,9	37,0	1,3	84,0
4	18,9	33,9	1,4	83,5
5	21,1	38,2	1,2	84,2
6	21,1	37,2	0,7	83,2
7	24,1	41,2	0,7	84,5
8	24,0	46,9	1,2	85,0
9	23,0	42,7	1,0	83,5

OPERACIÓN B-2.- Aceitunas de Lucena. Prensa EDISA, sin discos metálicos. Presión final baja.

<u>Orden de altura en el cargo</u>	<u>Riqueza grasa</u>	<u>Humedad</u>	<u>Acidez</u>	<u>Indice de yodo</u>
1	28,8	60,9	1,4	84,6
2	28,3	60,7	0,8	84,0
3	26,0	55,8	0,7	84,5
4	26,6	59,8	0,6	84,0
5	23,7	52,7	0,6	85,0
6	23,5	47,8	0,6	85,2
7	25,2	49,2	0,7	84,6
8	20,9	46,5	0,8	83,7
9	17,9	36,4	1,1	81,3

OPERACIÓN B-7.- Aceitunas de Antequera. Prensa EDISA, sin discos metálicos. Presión final baja.

<u>Orden de altura en el cargo</u>	<u>Riqueza grasa</u>	<u>Humedad</u>	<u>Acidez</u>	<u>Indice de yodo</u>
1	26,1	53,0	3,7	84,5
2	26,7	55,0	3,8	84,1
3	24,5	51,8	3,5	86,3
4	23,0	50,1	3,3	84,2
5	23,4	49,2	4,4	84,9
6	22,8	48,6	3,9	84,8
7	22,4	47,8	4,6	84,4
8	24,9	52,8	4,0	85,0
9	23,9	51,4	3,8	84,0

OPERACIÓN B-8.- Aceitunas de Antequera. Prensa EDISA, sin discos metálicos. Presión final muy baja.

<u>Orden de altura en el cargo</u>	<u>Riqueza grasa</u>	<u>Humedad</u>	<u>Acidez</u>	<u>Indice de yodo</u>
1	22,7	69,3	3,6	84,0
2	25,6	71,5	3,3	85,2
3	28,1	73,2	3,5	82,8
4	30,5	73,0	3,4	85,0
5	29,6	68,6	3,2	85,4
6	32,4	69,5	3,3	85,5
7	31,8	72,0	3,3	84,2
8	32,6	72,0	3,6	84,5
9	34,5	71,2	3,4	84,5

Para una adecuada presentación de los resultados de las experiencias realizadas, es indispensable someterlos a un estudio estadístico apropiado. Habida cuenta del carácter de los ensayos, se ha estimado conveniente comenzar calculando la dispersión de los resultados correspondientes a cada operación. Para ello se compara su varianza total con la varianza debida al error experimental de toma de muestras y de análisis. Según los resultados de los ensayos realizados, las varianzas del error pueden estimarse en 0,770 para la riqueza grasa, y en 1,90 para la humedad.

En la Tabla I se resumen los resultados de la comparación con la varianza debida al error, tanto de la varianza total de la operación, como de la varianza con respecto a la regresión sobre la altura en el cargo, correspondientes a la riqueza grasa.

En la Tabla II se presentan los resultados correspondientes a la humedad de los orujos. El cálculo de la regresión sobre la altura solamente se ha efectuado en aquellos casos en que la observación de los datos ha sugerido la posibilidad de que ésta exista.

Como datos necesarios se incluyen los valores máximos y mínimos, tanto de riqueza grasa como de humedad, correspondientes a cada una de las operaciones.

T A B L A I  
=====

Operación	Riqueza grasa		Comparaciones con la varianza del error	
	Máxima	Mínima	De la varianza total de la operación	De la varianza respecto a la regresión sobre la altura
A-4	43,8	41,1	0,1 < P	- - -
B-6	41,2	40,1	0,1 < P	- - -
A-3	41,6	28,0	P < 0,01	0,1 < P
B-8	34,5	22,7	P < 0,01	0,1 < P
B-5	32,5	28,0	0,01 < P < 0,05	0,1 < P
B-7	26,7	22,4	0,05 < P < 0,1	0,1 < P
B-2	28,8	17,9	P < 0,01	0,05 < P < 0,1
B-1	24,5	18,9	0,01 < P < 0,05	0,01 < P < 0,05
A-1	18,7	13,6	P < 0,01	0,05 < P < 0,1
A-2	9,4	8,4	0,1 < P	- - -

T A B L A II

Opera- ción	Humedad		Comparaciones con la varianza del error	
	Máxima	Mínima	De la varianza total de la operación	De la varianza respec- to a la regresión sobre la altura
B-4	102,5	88,4	$P < 0,01$	$0,1 < P$
B-6	94,1	84,3	$0,1 < P$	----
B-3	83,7	63,7	$P < 0,01$	$0,1 < P$
B-8	73,2	68,6	$0,1 < P$	----
B-5	71,5	67,8	$0,1 < P$	----
B-7	55,0	47,8	$0,05 < P < 0,1$	oooo
B-2	60,9	36,4	$P < 0,01$	$P < 0,01$
B-1	46,9	33,9	$P < 0,01$	oooo
A-1	51,0	33,9	$P < 0,01$	oooo
A-2	30,8	16,2	$P < 0,01$	$P < 0,01$

Los "oooo" indican que la simple observación de los datos permite estimar que no hay regresión de la humedad sobre la altura en el cargo.



ANÁLISIS DE ORUJOS DE ALMAZARA  
=====

En las tablas adjuntas se presentan los resultados obtenidos en dos operaciones típicas.

En la columna "orden de altura del capacho en el cargo" se sigue el mismo criterio que en las tablas de operaciones en prensa de laboratorio, El orden en la "posición de la muestra en el capacho" se indicará con mayúsculas en orden alfabético, empezando en la periferia y terminando en la zona inmediata a la aguja de la prensa.

OPERACIÓN O-M-A.- Aceitunas de Mairena del Alcor. Prensadas a 350 kg/cm<sup>2</sup>.

Riqueza grasa de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>		
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
1	13,4	11,2	14,5
2	8,3	11,1	16,6
3	9,6	11,9	16,8
4	9,9	12,5	16,9
5	20,6	14,2	20,1
6	16,2	16,5	19,7

Humedad de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>		
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>
1	44,5	39,6	50,9
2	39,4	38,9	52,0
3	51,6	40,1	51,8
4	43,2	40,1	51,0
5	64,5	42,3	50,0
6	51,2	46,0	53,7

OPERACION O-M-B.- Aceitunas de Mairena del Alcor. Prensadas a -  
350 kg/ml. La pasta es la misma que la de la operación O-M-A.

Riqueza grasa de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>			
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	11,	14,6	10,4	10,6
2	13,8	12,5	11,5	13,7
3	11,7	10,4	13,1	14,1
4	10,9	9,0	10,4	10,5

Humedad de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>			
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	47,6	42,6	39,4	40,3
2	42,7	40,4	39,9	43,1
3	41,4	38,5	40,9	42,7
4	41,8	38,6	43,4	43,4

OPERACIÓN O-A-A.- Aceitunas de Alcalá de Guadaíra. Prensadas a -  
350 kg/cm<sup>2</sup>.

Riqueza grasa de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>			
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	12,2	11,1	13,5	17,2
2	14,3	12,2	9,9	13,2
3	13,0	12,7	11,1	13,8
4	12,2	10,7	12,1	12,4
5	13,1	12,6	14,2	14,9

Humedad de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>			
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	42,3	38,6	41,7	46,0
2	40,2	33,2	32,4	39,6
3	37,2	35,6	38,1	40,6
4	38,1	34,3	32,7	37,6
5	39,0	38,8	39,4	42,2

OPERACIÓN O-A-B.- Aceitunas de Alcalá de Guadaíra. Prensadas a -  
350 kg/cm<sup>2</sup>.

Riqueza grasa de los orujos

<u>Orden de altura del capacho en el cargo</u>	<u>Posición de la muestra en el capacho</u>			
	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	13,2	9,9	11,8	10,2
2	12,4	11,9	8,8	10,1
3	14,8	13,6	12,0	14,1
4	12,5	10,7	12,8	14,6
5	13,7	12,2	11,7	12,6

Humedad de los orujosOrden de altura del capacho en el cargoPosición de la muestra en el capacho

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
1	43,1	38,6	41,2	42,6
2	43,0	40,6	39,1	41,7
3	43,0	40,3	40,8	46,8
4	41,9	39,0	39,9	44,6
5	44,2	41,1	41,1	44,5

Análisis de las varianzasRiqueza grasa de la operación O-A-A

<u>Causa de variación</u>	<u>Suma de cuadrados</u>	<u>Grados de libertad</u>	<u>Cuadrado medio</u>	<u>F</u>	<u>P</u>
Anchura	13,13	1	13,13	6,53	0,01 < P < 0,05
Resto	37,00	18	2,06		
Total	50,13	19			

Riqueza grasa de la operación O-A-B

<u>Causa de variación</u>	<u>Suma de cuadrados</u>	<u>Grados de libertad</u>	<u>Cuadrado medio</u>	<u>F</u>	<u>P</u>
Anchura	8,19	1	8,19	3,53	0,05 < P < 0,1
Resto	41,74	18	2,32		
Total	49,93	19			

Humedad de la operación O-A-A

<u>Causa de variación</u>	<u>Suma de cuadrados</u>	<u>Grados de libertad</u>	<u>Cuadrado medio</u>	<u>F</u>	<u>P</u>
Anchura	72,20	1	72,20	8,13	P = 0,01
Resto	159,61	18	8,89		
Total	231,81	19			

Humedad de la operación O-A-B

<u>Causa de variación</u>	<u>Suma de cuadrados</u>	<u>Grados de libertad</u>	<u>Cuadrado medio</u>	<u>F</u>	<u>P</u>
Anchura	56,78	1	56,78	36,8	P < 0,01
Resto	27,70	18	1,54		

I I I

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

A. - V I S C O S I D A D

EXISTENCIA DE UNA FILTRACIÓN SELECTIVA DE COLOIDES

Los resultados experimentales antes indicados ponen de ma nifiesto que la viscosidad de una fracción de alpechín depende muy- considerablemente de los tratamientos efectuados sobre la pasta has ta el momento de su salida.

A igualdad de todas las demás circunstancias, la viscosi dad de una fracción de alpechín es tanto menor cuanto más agotada - se encuentre la pasta en el momento de su salida. Este descenso de viscosidad, muy acusado al comienzo de la prensada, se va reduciend o a medida que ésta transcurre. La viscosidad tiende asintóticamen te a un valor constante en las fracciones separadas al final de la operación, cuando el orujo ofrece una resistencia muy considerable- a la separación de la fase acuosa situada en su interior.

La viscosidad de la primera fracción de alpechín que se- separa de una pasta es tanto mayor cuanto más enérgicos hayan sido- los efectos de cizallamiento producidos por la molienda y por el - dislacerado.

La viscosidad de la primera fracción de alpechín que se- separa de una pasta es tanto mayor cuanto menor haya sido la "soli- citación" aplicada. Durante el transcurso de las extracciones con - la máquina ALFIN, donde la pasta no recibe más que una "solicitud" muy suave (18), las viscosidades de las sucesivas fracciones de al- pechín separadas son muy elevadas y de un mismo orden de magnitud.- (Conviene no olvidar que la cantidad de alpechín obtenido en este - tipo de extracción de aceite es muy inferior a la que se separa en una prensa de capachos).

Un comportamiento similar se encuentra para las variacio nes en la concentración de sustancias coloidales presentes en el al

pechín.

El estudio estadístico señala la existencia de una correlación lineal decreciente, significativa, entre la viscosidad de cada fracción de alpechín cedida por una pasta y el volumen total de alpechín separado hasta entonces. Una correlación del mismo orden se encuentra entre este volumen total y la concentración en sustancias coloidales de la última fracción de alpechín separada.

Las correlaciones no son suficientemente buenas para establecer las formas de las correspondientes funciones de regresión. Conviene recordar a este respecto que las experiencias, a las que corresponden los datos utilizados para los cálculos estadísticos, fueron planteadas exclusivamente para estudiar la cinética de la prensa da como filtración.

Las distintas fracciones de alpechín, procedentes de una misma partida de aceitunas, presentan valores prácticamente constantes para su densidad y para su concentración en materias no coloidales. Estos valores no dependen de los tratamientos previos de la pasta, ni de su grado de agotamiento en el momento en que se separa la fracción de alpechín.

Conviene destacar asimismo que no existe correlación alguna ( $0,3 < P$ ) entre la viscosidad de los alpechines y su concentración en productos no coloidales.

#### CORRELACION ENTRE LA VISCOSIDAD DEL ALPECHIN Y SU CONCENTRACION EN COLOIDES

Para estimar esta correlación se han realizado numerosos cálculos de tanteo, siguiendo las indicaciones de la bibliografía (56). El resultado más satisfactorio se encuentra para la correlación entre el logaritmo neperiano de la viscosidad absoluta del alpechín y su concentración en materia coloidal. Esta concentración se expresará en las fórmulas del presente apartado de la Tesis por "(P)".

El cálculo estadístico, efectuado con 82 muestras de alpechín, conduce con un alto de significación ( $P < 0,001$ ) a la siguiente fórmula de regresión

$$\ln \eta = 0,35 (P) + \ln 1,65$$

El valor 1,65, estimado por la viscosidad absoluta del "disolvente de la parte P del alpechín", no difiere significativamente del promedio 1,62 de los valores de viscosidad encontrados para las soluciones acuosas de las partes no coloidales de los alpechines a la misma concentración que tenían en los alpechines iniciales.

El valor 0,35 dl/g puede considerarse una estimación de la viscosidad intrínseca promedio de los coloides de los alpechines estudiados. (58)

Puesto que entre los 82 alpechines estudiados existen grandes diferencias en lo que respecta a procedencia de los frutos, tipo de molienda, momento de la prensada en que se separa de la paja, cantidad de aceite que llevaron dispersa, etc, puede admitirse la posibilidad de que los coloides existentes en cualquier alpechín presenten, en una primera aproximación, características similares. Conviene recordar la constancia de otras magnitudes físico-químicas (tensiones interfaciales, sistema amortiguador del pH) encontrada en alpechines de procedencia muy diferente. (39)

El valor 0,35 dl/g es similar al encontrado en la bibliografía (55) para los dextranos de peso molecular del orden de 200.000. Conviene indicar que de 100 g de parte coloidal de un alpechín se obtienen, generalmente, por hidrólisis en medio ácido, más de 60 g de glucosa.



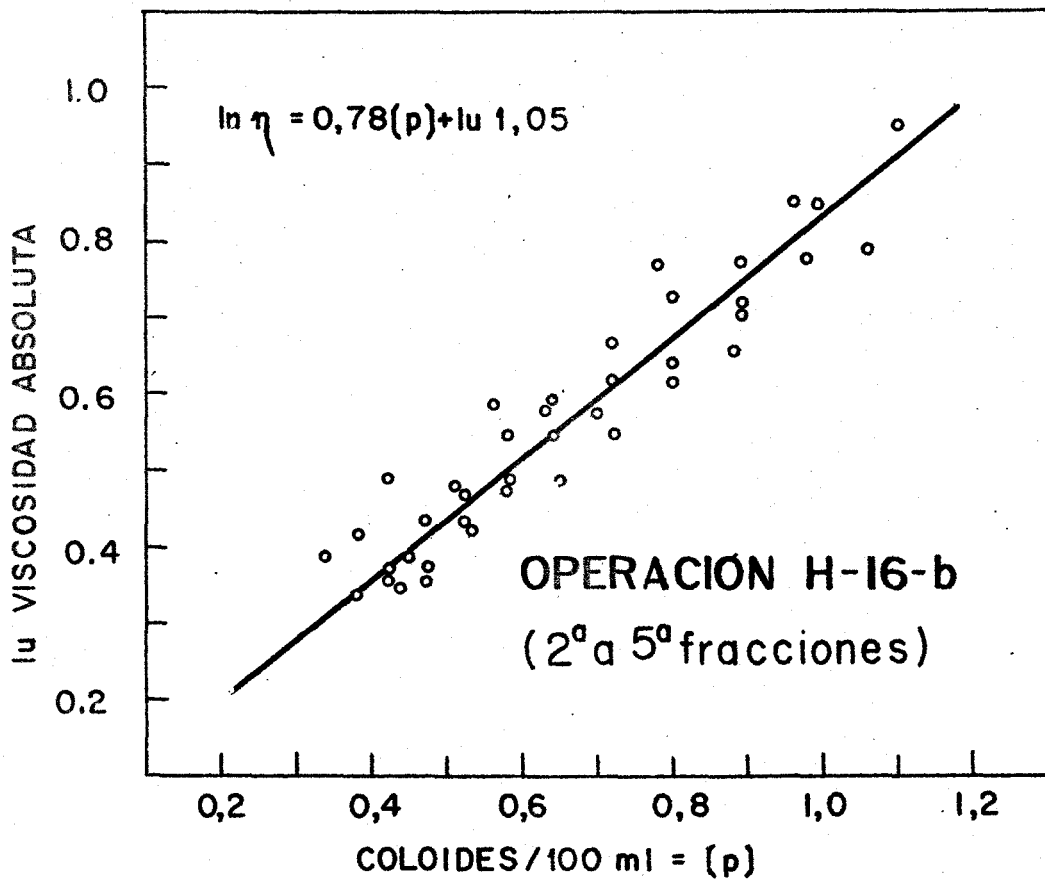


Fig. XXVIII

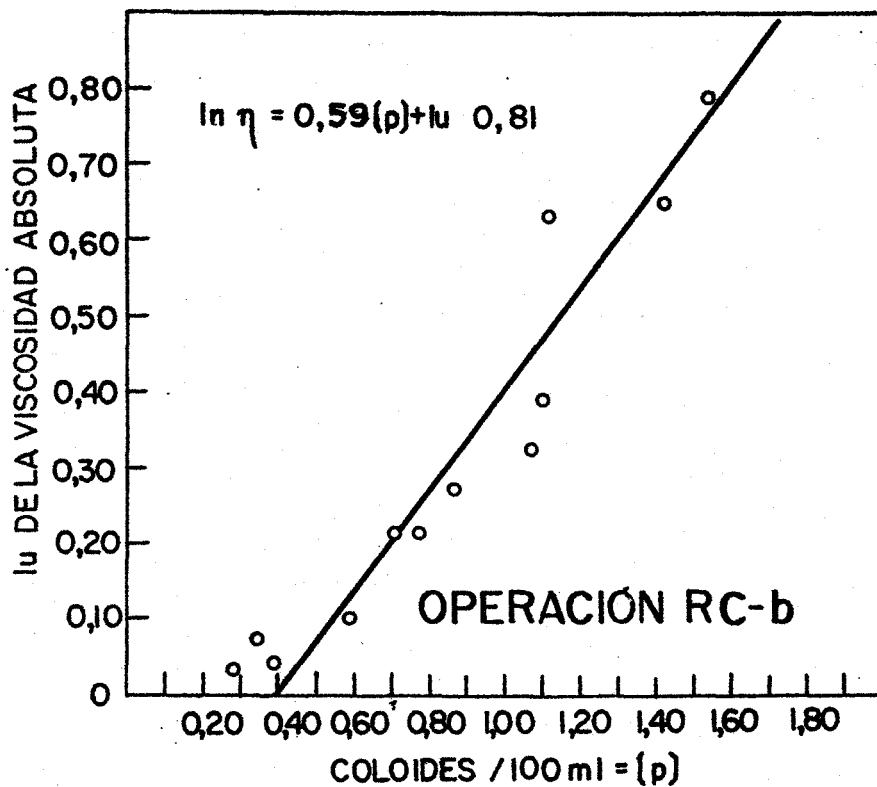


Fig. XXIX

ESTIMACIÓN DE LA VISCOSIDAD INTRÍNSECA DE UN ALPECHÍN

Previo adecuado estudio bibliográfico (56), se ha elegido, como método de mayor precisión estadística, el cálculo de la pendiente de la recta de regresión de los logaritmos neperianos de las viscosidades absolutas de las soluciones, formadas diluyendo el alpechín con distintas proporciones de agua destilada, sobre sus concentraciones en coloides.

En el caso de las cuatro últimas fracciones de alpechín, procedentes de aceitunas de Higuera de la Sierra, obtenidos en prensa de capachos, citado en la operación H-16, la ecuación de regresión, con  $P < 0,001$ , resulta ser (fig. XXVIII).

$$\ln \eta = 0,78 (P) + \ln 1,05$$

Si se realizan los cálculos suponiendo que la viscosidad del alpechín se debe solamente a su contenido en proteínas coloidales, las viscosidades intrínsecas estimadas para las distintas fracciones de alpechín presentan valores muy poco concordantes y de un orden de magnitud totalmente distinto de los que suelen encontrarse en la bibliografía.(55)

En el caso de las tres últimas fracciones de alpechín procedentes de aceitunas de Alcalá de Guadaíra, prensadas entre capachos, citado en la operación R-C, la ecuación de regresión, con  $P < 0,001$ , resulta ser (fig. XXIX)

$$\ln \eta = 0,59 (P) + \ln 0,81$$

Los valores 1,05 y 0,81, estimados para la viscosidad absoluta del "disolvente", no difieren significativamente del valor que presenta la viscosidad del agua a 30°C, temperatura a la que se efectuaron las medidas.

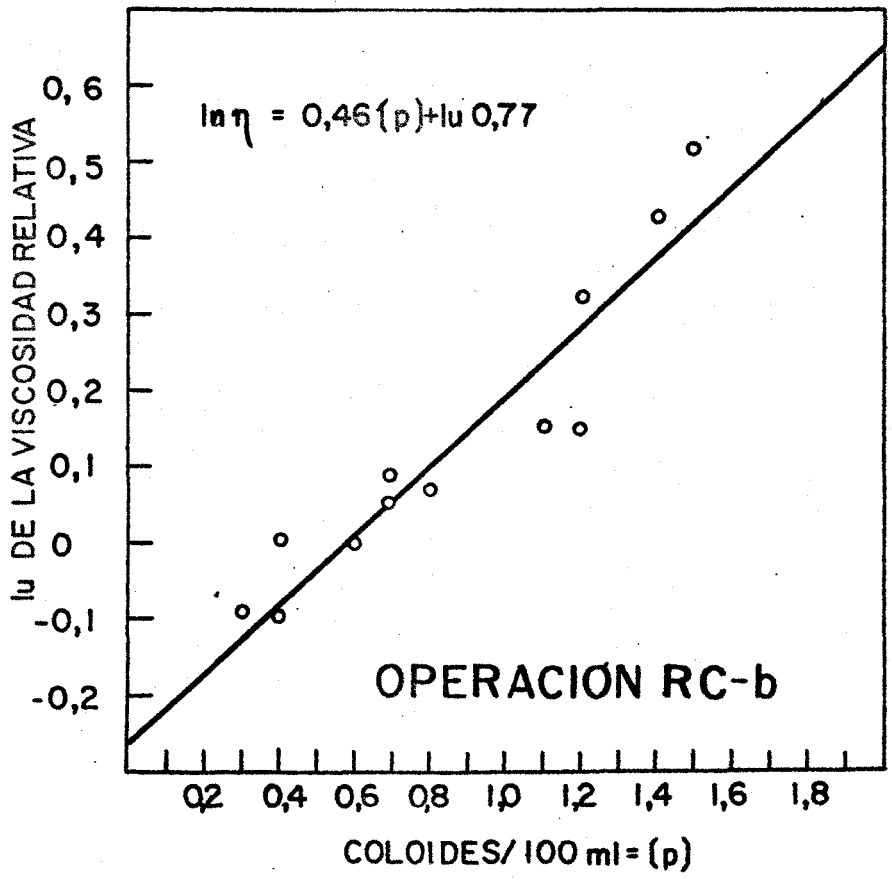


Fig. XXX

Ahora bien, los valores 0,78 y 0,59 dl/g no son estimaciones correctas de la viscosidad intrínseca de los coloides del alpechín, puesto que el disolvente de estos coloides no es el agua destilada, sino la solución acuosa de la parte no coloidal del alpechín, según se ha deducido antes.

Para llegar a una verdadera estimación de la viscosidad intrínseca por el procedimiento de las diluciones, sería preciso calcular la pendiente de la línea de regresión, sobre la concentración en coloides, del logaritmo neperiano del cociente entre la viscosidad absoluta de cada solución diluida de alpechín y la viscosidad absoluta de la "verdadera solución" en la cual se encuentra disuelta la parte coloidal.

La viscosidad absoluta determinada para la solución de la parte no coloidal puede servir como una estimación aproximada del valor por el cual debería dividirse la viscosidad absoluta de la solución diluida de alpechín, para calcular la verdadera viscosidad relativa.

En el caso de la operación R-C, se ha efectuado el cálculo correspondiente, obteniéndose, con  $P < 0,001$ , una línea de regresión (fig. XXX)

$$\ln \nu_r = 0,46 (P) + \ln 0,77$$

El valor 0,46 dl/g no difiere muy significativamente (0,05 < P < 0,1) del 0,35 encontrado en la correlación del conjunto de los alpechines.

En la operación H-16 no se estudiaron las características de la parte no coloidal. Por tanto, no es posible efectuar un cálculo de viscosidad intrínseca similar al anterior.

Si la ecuación que relaciona la viscosidad relativa con la concentración fuese exactamente una exponencial sencilla, el va-

lor 0,77 debería no diferir significativamente de la unidad.(57)

COEXISTENCIA EN UNA PASTA DE DOS TIPOS DE ALPECHÍN

Las variaciones en el contenido de materias coloidales y en la viscosidad se justifican fácilmente teniendo en cuenta la coexistencia, en el interior de la pasta molida, de alpechín "suelto" y de alpechín "normal". El alpechín "suelto" abandona la pasta sin necesidad de sufrir ninguna operación similar a un proceso de filtración a través de un material de poros finos, por lo que su concentración en coloides no debe modificarse.

El alpechín "normal" solamente puede abandonar la pasta cuando ésta recibe una "solicitud" apreciable, lo que trae consigo una retención selectiva de parte de sus coloides.(83). Esta retención puede atribuirse a un fenómeno de adsorción, a un efecto electroquímico, a una saturación del gel comprimido etc., de acuerdo con lo indicado en la parte bibliográfica.

Estudios analíticos adecuados, pendientes de publicación, han demostrado que en el orujo resultante de la prensada se encuentra una cantidad de materias coloidales solubles muy superior a la contenida en la totalidad del alpechín separado. Puesto que la cantidad de alpechín separado es unas cuatro veces superior a la de la fase acuosa existente en el orujo, queda demostrada la existencia de la retención selectiva.

Asimismo, estos estudios han demostrado que la concentración de proteínas coloidales en la primera fracción del alpechín, que se separa en la prensada, es muy superior a la estimada dividiendo la cantidad total de proteínas solubles existentes en la pasta

inicial por el contenido total de agua en esta última.

Esto parece indicar que el descenso en la concentración de proteínas no se debe a una adsorción irreversible sobre los sólidos de la pasta durante la prensada.(84).

Esta última suposición resulta confirmada por los resultados de las investigaciones de Martínez Moreno y cols.(99) sobre la presencia de uranio en aceitunas. Las primeras fracciones de alpechín, separadas de pastas de aceitunas procedentes de terrenos unaríferos, contiene en su parte coloidal casi el 80% del uranio total existente en el fruto. Por otra parte, el orujo final tiene muchos menos uranio que el que correspondería a la fase acuosa, allí retenida, si tuviese la misma concentración en dicho metal que la última fracción de alpechín separada. Según las experiencias realizadas al efecto, el uranio debe encontrarse unido a las proteínas existentes en el alpechín(99).

Las proteínas solubles, procedentes en gran parte de la semilla, se encuentran disueltas en una considerable proporción en el alpechín inicialmente "suelto". El alpechín "normal" debe ser más pobre en proteínas.

El alpechín que sale al exterior está formado por una mezcla de alpechín "suelto" y de alpechín "normal", dependiendo de las proporciones de esta mezcla su concentración en coloides, su concentración en proteínas y su viscosidad. En las primeras fracciones separadas predomina el alpechín "suelto", mientras que en las últimas la mayor parte, o incluso la totalidad ha de ser alpechín "normal" (70). De aquí se deduce:

A.- Mientras mayor haya sido el cizallamiento de la pasta, mayor será la cantidad de alpechín "suelto" allí existente. Por tanto, a igualdad de otras circunstancias, la viscosidad de

la primera fracción de alpechín separado aumenta con la intensidad del proceso de molienda y, sobre todo, con la eficacia del dislacerado.

B.- Cuando la presión aplicada es muy baja en todo momento la primera fracción de alpechín que se separa presenta una viscosidad elevada, puesto que está formada en su casi totalidad por alpechín "suelto". Si, por el contrario, la presión alcanza rápidamente valores muy altos, la primera fracción de alpechín separada contiene cantidades notables de alpechín "normal" y, como consecuencia, una viscosidad más baja.

C.- Las viscosidades de las fracciones de alpechín, que sucesivamente van separándose de la pasta, disminuyen primero en forma muy acusada, puesto que su proporción de alpechín "suelto" desciende con mucha rapidez. Más adelante, el descenso se hace mucho más lento, por deberse casi únicamente a la retención selectiva de los coloides no proteicos en la pasta.

D.- En el caso de la máquina ALFIN, como todo el alpechín separado procede del "suelto", la viscosidad presentará un valor elevado y prácticamente constante en todas las fracciones.

E.- La selectividad de retención no se presenta en forma destacada para el conjunto de las materias no coloidales del alpechín. Por tanto, su concentración será del mismo orden en el alpechín "suelto" que en el alpechín "normal" y, como consecuencia, en cualquier fracción de alpechín procedente de una misma partida de aceitunas.

La salida de la mayor parte de las proteínas coloidales, en las primeras fracciones del alpechín, perturba considerablemente la correlación entre viscosidad y concentración en coloides totales. Por tanto, ha sido preciso, para estimar las viscosidades intrínse-

cas, prescindir de los datos correspondientes a la primera fracción de alpechín separada, puesto que el valor del coeficiente de regresión deducido a partir de sus diluciones resulta muy superior al encontrado para el conjunto de las restantes fracciones.

Todas las consideraciones de este apartado se refieren a aceitunas normales de almazara. Los frutos verdes, así como los muy desecados a causa de una larga conservación al aire, no dan pastas en las que las sucesivas fracciones de alpechín separadas presenten viscosidades decrecientes.



## B. - FILTRACION

### PRENSADO DE ACEITUNAS Y FILTRACION

De acuerdo con la bibliografía reciente, (16), (73), (97)- (100), (101), puede elegirse como fórmula de partida la ecuación general de Carman, ya estudiada en un apartado anterior.

En el caso particular de las pastas de aceitunas molidas es preciso tener muy en cuenta que:

A.- A los efectos del presente trabajo, la filtración del mosto "normal" puede estimarse similar a la de un sistema que contiene una sola fase líquida (102).

B.- El valor "PA" en la ecuación de Carman ha de ser inferior al de la fuerza total aplicada, puesto que, durante la prensa da, parte de esta fuerza se emplea en procesos distintos del que se considera similar a una filtración, tales como desgarrado de pé lículas del epicarpo, fricciones entre trozos de endocarpo, etc. (1)

C.- El medio de filtración real está constituido por los trocitos de materias sólidas producidos o modificados por la molida del fruto y el dislacerado de la pasta (70).

De acuerdo con las anteriores observaciones, hay que suponer que el valor de "A" será muy elevado, del orden de centenares de metros cuadrados por kg de pasta (42). Además, como ocurre en la filtración de otros zumos de fruta (103), tanto el medio filtrante como la torta deben considerarse sistemas muy compresibles, lo cual trae consigo el que los valores de " $\alpha$ " y " $\beta$ " se estimen, en primera aproximación, como funciones potenciales de la "solicitud" aplicada, con exponentes próximos a la unidad (6):

$$\alpha = \alpha' P^a \quad \beta = \beta' P^b$$

Por otra parte, " $\alpha$ " y " $\beta$ " dependerán también de la poro-

sidad de los distintos componentes de la pasta (100).

En principio, los valores de " $\eta$ " y " $w$ " pueden considerarse constantes para una misma pasta, siendo " $\eta$ " el valor de la viscosidad del líquido que va separándose de la pasta y no la viscosidad del líquido que se recoge en el exterior del artificio de prensado (9).

Siempre que la pasta no haya cedido mucho líquido (una pasta casi agotada no puede comportarse en modo alguno como cantidades considerables de un líquido turbio que se somete a filtración) y teniendo en cuenta el elevado valor de A, puede admitirse la simplificación siguiente:

$$\frac{dV}{dt} = \frac{PA}{\eta\beta} \left(1 + \frac{\alpha w}{\beta A} V\right)^{-1} \approx \frac{PA}{\eta\beta} \left(1 - \frac{\alpha w}{\beta A} V\right)$$

Integrando esta ecuación a P constante:

$$V = \frac{\beta A}{\alpha w} - \frac{\beta A}{\alpha w} \left(\frac{P\alpha w}{\eta\beta} t\right)$$

Es decir, la cinética de salida del mosto debe ser de primer orden, con una velocidad proporcional en cada momento a la cantidad de mosto que puede salir aún, si se mantienen constantes las condiciones del proceso hasta un tiempo prácticamente infinito. El valor máximo del mosto que puede salir viene indicado por la expresión

$$V_0 = \frac{\beta A}{\alpha w}$$

y el tiempo necesario para separar la mitad de este mosto por

$$t_0 = 0.693 \frac{\eta\beta^2}{P\alpha w}$$

En la práctica, las pastas dejan de ceder totalmente mosto cuando aún conservan cantidades importantes del mismo (100). Por tanto, la ecuación aproximada refleja mejor la realidad que la ecuación general, en la cual la velocidad de salida del mosto sólo se anulará cuando " $V$ " se haga infinito.

COMPARACIÓN ENTRE LOS PARÁMETROS DE LA ECUACIÓN Y LAS CARACTERÍSTICAS DE  
LAS PASTAS

La concordancia entre las ecuaciones que resumen los resultados experimentales y la ecuación de filtración deducida a partir de la ecuación general de Carman, teniendo en cuenta las peculiaridades de una prensada de pasta de aceitunas, resulta altamente satisfactoria. Esto confirma la hipótesis muy extendida, pero nunca bien comprobada, de que una gran parte, o incluso la totalidad, del proceso de extracción del aceite de oliva en una prensa hidráulica es simplemente una filtración de dos fases líquidas parcialmente emulsionadas (4).

A continuación se estudiará comparativamente la relación entre los valores de los parámetros de las ecuaciones de filtración y las características de las pastas correspondientes.

1.- La incorporación de un tensioactivo de tipo corriente no varía de forma significativa el valor de "to"; pero incrementa mucho el de "Vo". La observación visual y las medidas de las características reológicas de las pastas (68) indican que el tensioactivo provoca unos aumentos, tanto de rigidez como del carácter esponjoso de la pasta, muy favorables al incremento de la porción de superficie de la misma a través de la cual tiene lugar la separación del mosto (100). Es decir, el valor mayor de "Vo" se debe a un efecto similar al incremento de la superficie de filtración "A".

2.- El dislacerado aumenta, sin alterar significativamente el valor de "to", unas veces sólo el volumen "Vi" de mosto inicialmente "suelto" y, en otras ocasiones tanto "Vi" como "Vo".

El aumento de "Vi" puede atribuirse a que el propio dis

lacerado comunica a la pasta una "solicitud" suficiente para iniciar un proceso de separación de mosto de distinto tipo al de una filtración con torta y soporte parcialmente compresibles. Conviene recordar que hay sistemas de extracción de aceite de oliva, por ejemplo el de la máquina ALFIN (18), en los que se consigue la separación de grandes cantidades de aceite sin necesidad de que la pasta sea sometida a acciones mecánicas tan fuertes como las que se aplican durante el prensado.

El aumento de "Vo" puede atribuirse a un efecto, similar a una elevación de la superficie de filtración "A", provocado por la separación total del aceite "suelto" que produce el dislacerado de la pasta.

3.- Un aumento en el grado de finura de la pasta, conseguido moliendo las aceitunas en un triturador de martillos, provoca un aumento en los valores de "to" y un descenso en los de "Vo", ambos muy significativos.

El aumento de "to" puede interpretarse como una consecuencia de la reducción de la porosidad de los sólidos de la pasta, la cual trae consigo un aumento en el orden de magnitud de los valores de las resistencias específicas, " $\alpha$ " y " $\beta$ ".

El descenso de "Vo" ha de atribuirse a la reducción de la rigidez y del carácter esponjoso de la pasta, comprobada experimentalmente, que ocasiona la trituración con martillos. Esto debe traducirse en un descenso de la superficie filtrante "A".

Conviene indicar que, según otras investigaciones en las que no se han efectuado estudios cinéticos, tanto la incorporación de tensioactivo como el dislacerado hacen que una pasta procedente de un triturador de martillos aumente su rendimiento en mosto hasta-

valores similares a los obtenidos con pastas procedentes de molinos de cilindros (23).

4.- En el caso de la incorporación del tensioactivo fluorocarbonado L-1155, se reúnen los efectos del dislacerado de la pasta, de la incorporación del tensioactivo corriente y del aumento del grado de finura. Visual y reológicamente se ha podido comprobar la elevada disgregación y, al mismo tiempo, la buena esponjosidad que ocasiona la incorporación a la pasta de un producto tan especial(92).

5.- El efecto de un incremento en la "solicitud" aplicada a la pasta no puede establecerse claramente a partir de los resultados experimentales de que actualmente se dispone.

En general, puede estimarse que las variaciones de "to" son proporcionalmente mucho menores (de 11 a 116 minutos) que las variaciones de las "solicitaciones" aplicadas (de 0,02 a 4,2 kg/ml) y que además ambas variaciones no están directamente correlacionadas.

Por otra parte, los valores de "Vo", en los casos en que se ha mantenido constante la "solicitud" durante toda la prensa-da, presentan un comportamiento similar a los de "to", es decir, sus variaciones son proporcionalmente mucho menos acusadas (de 25 a 250 ml) que las de las "solicitaciones", sin que tampoco exista correlación alguna.

Esto puede atribuirse a que los exponentes "a" y "b", de las ecuaciones que relacionan las resistencias específicas "α" y "β" con la "solicitud" aplicada, no son muy distintos de la unidad. Entonces los valores de "to" y "Vo" deberán ser casi independientes de la "solicitud" aplicada:

$$t_o = 0'693 \frac{\eta \beta^b}{w \alpha} P^{(2b-a-1)} \approx 0'693 \frac{\eta \beta^b}{w \alpha}$$

$$V_o = \frac{A \beta^b}{w \alpha} P^{(b-a)} \approx \frac{A \beta^b}{w \alpha}$$

La falta de correlación tal vez se deba a que los valores efectivos de "P" no dependan de los correspondientes valores de la "solicitud" aplicada, según una relación sencilla e igual para todos los tipos de pasta. También puede contribuir a esta falta de correlación el que los exponentes "a" y "b" difieran entre sí apreciablemente - de un caso a otro, lo cual es bastante probable habida cuenta de - que las pastas son conjuntos heterogéneos, cuyos componentes presen- tan comportamientos muy distintos frente a las "solicitaciones" ten- soras y compresoras (26),(104),(105).

El grado de agotamiento de una pasta suele aumentar con la "solicitud" a que ésta ha sido sometida, según se deduce de la operación P-I y similares. En líneas generales este tipo de varia- ción puede justificarse a base de las consideraciones siguientes:

1.- El aceite "suelto" no necesita apenas "solicitud" - para separarse del resto de la pasta. Una pasta que ha perdido su - aceite "suelto" suele presentar, en casos típicos, riquezas grasas - del orden de los 40 g (esta cantidad indica los gramos de aceite - que están unidos a 100 g de pasta seca y desgrasada).

2.- Para conseguir que se inicie la separación de nuevas - cantidades de aceite, es preciso ejercer una "solicitud" del or- den de 0,2 kg/ml. Sobrepasado este orden de valores, bastan peque- ños aumentos en la "solicitud" aplicada para conseguir la separa- ción de importantes cantidades de aceite, que deja la riqueza grasa de la pasta en un orden de 25 g.

3.- La separación de nuevas cantidades de aceite exige in- crementos de "solicitud" cada vez mayores, alcanzándose difícil- mente riquezas grasas inferiores a 8 g en el orujo final.

Como resultado de aplicación práctica inmediata, puede es- tablecerse que los dos parámetros de la ecuación de filtración re--

flejan dos características fundamentales de la pasta. El valor de "to" depende del grado de finura del molido. El valor de "Vo" depende de la rigidez y carácter esponjoso que comunican a la pasta un dislacerado y un batido adecuados.

### COMPARACIÓN CON EL MODELO ANALÓGICO MECÁNICO

La ecuación reológica deducida del modelo descrito en la parte bibliográfica resulta ser:

$$F - T_P = K_N \cdot V_J / S + \eta_J \cdot R_J (dV_J / dt) / S$$

La ecuación de filtración expresada en forma similar será

$$P_H = \frac{P \alpha w}{\beta} v + \eta \beta \frac{dv}{dt}$$

existiendo una perfecta concordancia entre ellas.

Interesa señalar la destacada aportación que el estudio del proceso de prensado como una filtración ofrece a la interpretación del citado modelo analógico. En efecto:

Las constantes de rozamiento "K<sub>N</sub>" y "R<sub>J</sub>", comparadas con sus equivalentes en la ecuación anterior, resultan ser casi directamente proporcionales a "P".

$$\frac{K_N}{S} = \frac{P \alpha w}{\beta} = \frac{w \alpha'}{\beta'} p^{(1+a-b)} \quad \frac{R_J}{S} = \beta' p^b$$

Esta deducción no es fácil de obtener del estudio del modelo analógico sin utilizar suposiciones complementarias.

Además, el modelo tampoco indica que la fracción de "P", a la cual es proporcional "K<sub>N</sub>", depende de la relación entre las constantes "α'" y "β'" de las resistencias específicas de la torta y del medio filtrante.

Razonando sobre el modelo analógico, el efecto del tensio activo será un aumento en la superficie "S" del amortiguador "J", y el del molido con martillos una disminución de esta superficie junto

con un aumento en el coeficiente " $R_J$ ".

Un modelo analógico mecánico, en el cual los valores de " $K_N$ " y " $R_J$ " fuesen casi proporcionales a la "solicitud", resulta algo complicado desde el punto de vista de utilización práctica. Sin embargo, el efecto poco acusado del aumento de la "solicitud" podría representarse asociando en serie, con el conjunto de los elementos en paralelo "J", "N" y "M", un freno de fricción constante "H" (véase figura XXXI). Este freno sólo podrá transmitir a dicho conjunto una fuerza inferior o igual, como máximo, a la suya propia " $T_H$ ". El resto de una "solicitud" superior a " $T_H$ ", aplicada entre los puntos "F" y "F'", serviría para desplazar "h" respecto a "H"; pero sin afectar el proceso de penetración del pistón "J".

La introducción del nuevo elemento "H" tal vez no sea una representación adecuada del proceso reológico que tiene lugar en realidad; pero, sin duda, refleja intuitivamente lo que ocurre en conjunto, siendo posible que presente una utilidad práctica aceptable.

La observación de los parámetros, correspondientes a la ecuación cinética de una operación de prensado que marcha mal, puede indicar la forma en que es preciso corregir la preparación de la pasta para que la marcha de futuras operaciones tenga lugar en las mejores condiciones posibles.

Los resultados de las experiencias sobre remolido constituyen una confirmación de la hipótesis sobre la semejanza entre la prensada de la pasta de aceitunas molidas y un proceso de filtración con torta y soporte compresibles. En efecto:

El valor de " $V_0$ " resulta ser, de acuerdo con la ecuación antes indicada, prácticamente independiente de la cantidad de mosto que haya en la pasta y de la "solicitud" aplicada. Sólo depende de la superficie de filtración "A" y de las características, (" $\alpha$ ", -



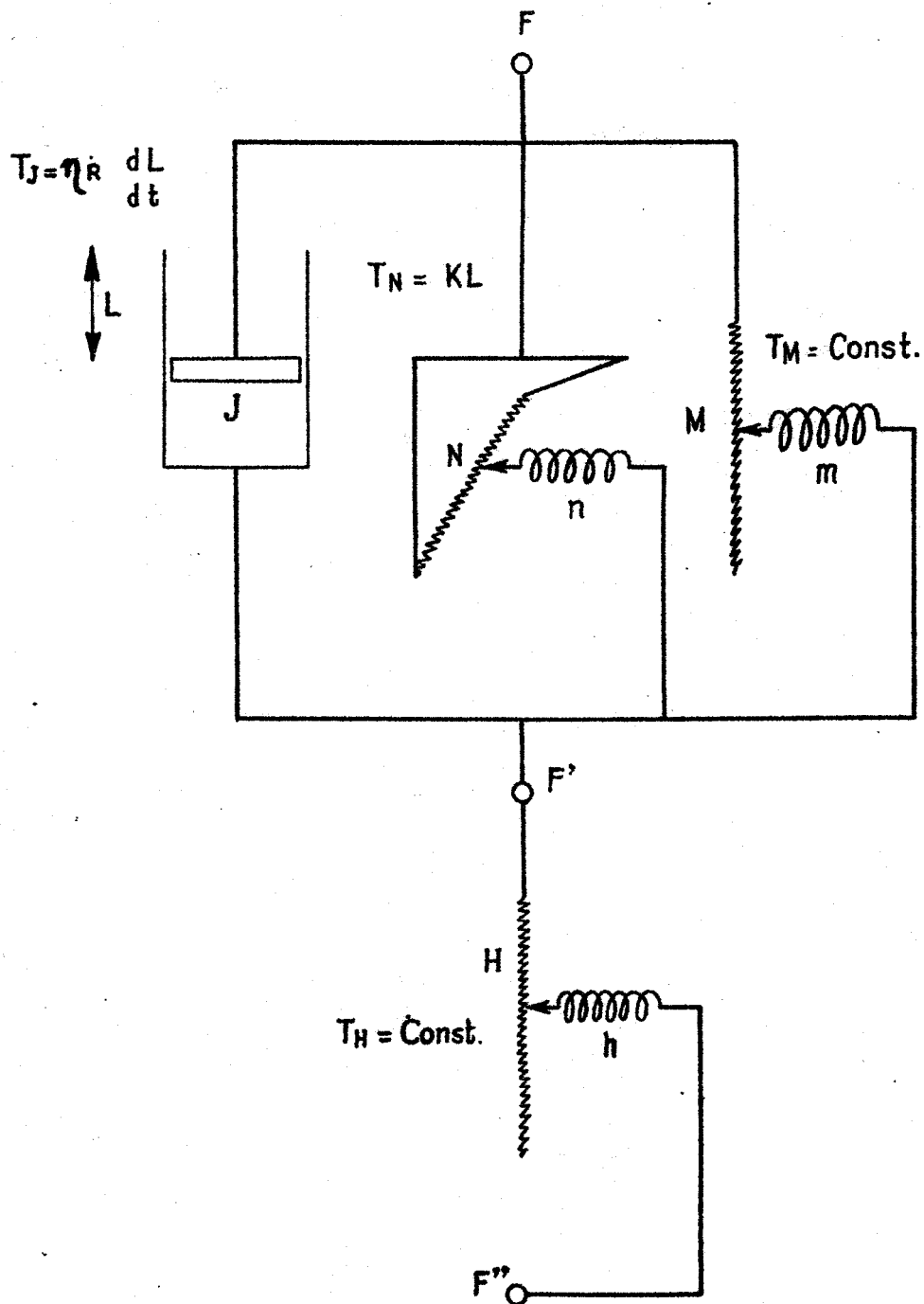


Fig. XXXI

"B' " y "w") de la torta y del soporte.

Esto justifica el que la centrifugación por sí sola no pueda separar de una pasta bastante agotada todo el mosto allí contenido, por muy fuerte que sea la "solicitud" y por muy largo que sea el tiempo que ésta esté aplicándose.

La razón de esta imposibilidad es bien sencilla: los poros del sistema filtrante se han cerrado, impidiendo el flujo de las fases líquidas a su través.

Ahora bien, al efectuar un remolido, se renueva la superficie de filtración. Si más adelante se aplica una "solicitud" adecuada, se separan cantidades importantes de mosto. Sin embargo, llegará un momento en que, por cerrarse nuevamente los poros, quede interrumpido el proceso de filtración.

Sucesivos remolidos permitirán separar nuevas cantidades de mosto. Estas irán siendo cada vez más pequeñas, puesto que continuamente se van reduciendo tanto la cantidad de pasta que puede actuar como un soporte de filtración con poros abiertos, como el mosto residual que dejen separarse los fenómenos de imbibición en los tejidos vegetales (100),(106).

En las operaciones de prensada entre capachos, esta renovación de la superficie de filtración tiene lugar a partir del momento en que la cantidad de mosto separado es suficiente para que la mayoría de los trocitos de endocarpo leñoso rocen y se desplacen mutuamente, dislacerando las porciones de pulpa comprimida que están situadas entre ellos.

C. - D I S T R I B U C I O N D E S O L I C I T A C I O N E S -  
EN LOS CARGOS

Del comportamiento de las pastas y orujos estudiados, puede deducirse el siguiente esquema sobre la marcha del agotamiento en los distintos puntos de un cargo, durante el transcurso de una operaci3n de prensada:

A.- El grado de homogeneidad en la riqueza grasa, existente en la pasta inicial, se conserva significativamente hasta valores m3nimos del orden de los 40 g.

B.- En las operaciones cuyas muestras presentan riquezas grasas m3nimas comprendidas entre 30 y 20 g, se acusa una dispersi3n en los valores de las mismas que, en la mayor3a de los casos, es de una significaci3n estad3stica considerable.

Seg3n se deduce de la Tabla I, esta dispersi3n se debe, en gran parte, a la existencia de una regresi3n lineal de la riqueza grasa de una muestra sobre su altura en el cargo. El resto de la dispersi3n puede atribuirse al error experimental, puesto que los valores calculados para la varianza con respecto a dicha regresi3n no son significativamente distintos de los de la varianza del error.

C.- Para las operaciones con riquezas grasas m3nimas comprendidas entre 20 y 10 g, la dispersi3n de sus valores no puede atribuirse 3nicamente a la regresi3n sobre la altura en el cargo y al error experimental.

D.- Finalmente, para riquezas grasas inferiores a 10 g se vuelve a encontrar un alto grado de homogeneidad en todas las alturas del cargo.

En la figura XXXII se presenta un esquema ideal de la marcha del agotamiento, elaborado de acuerdo con los resultados experimentales.

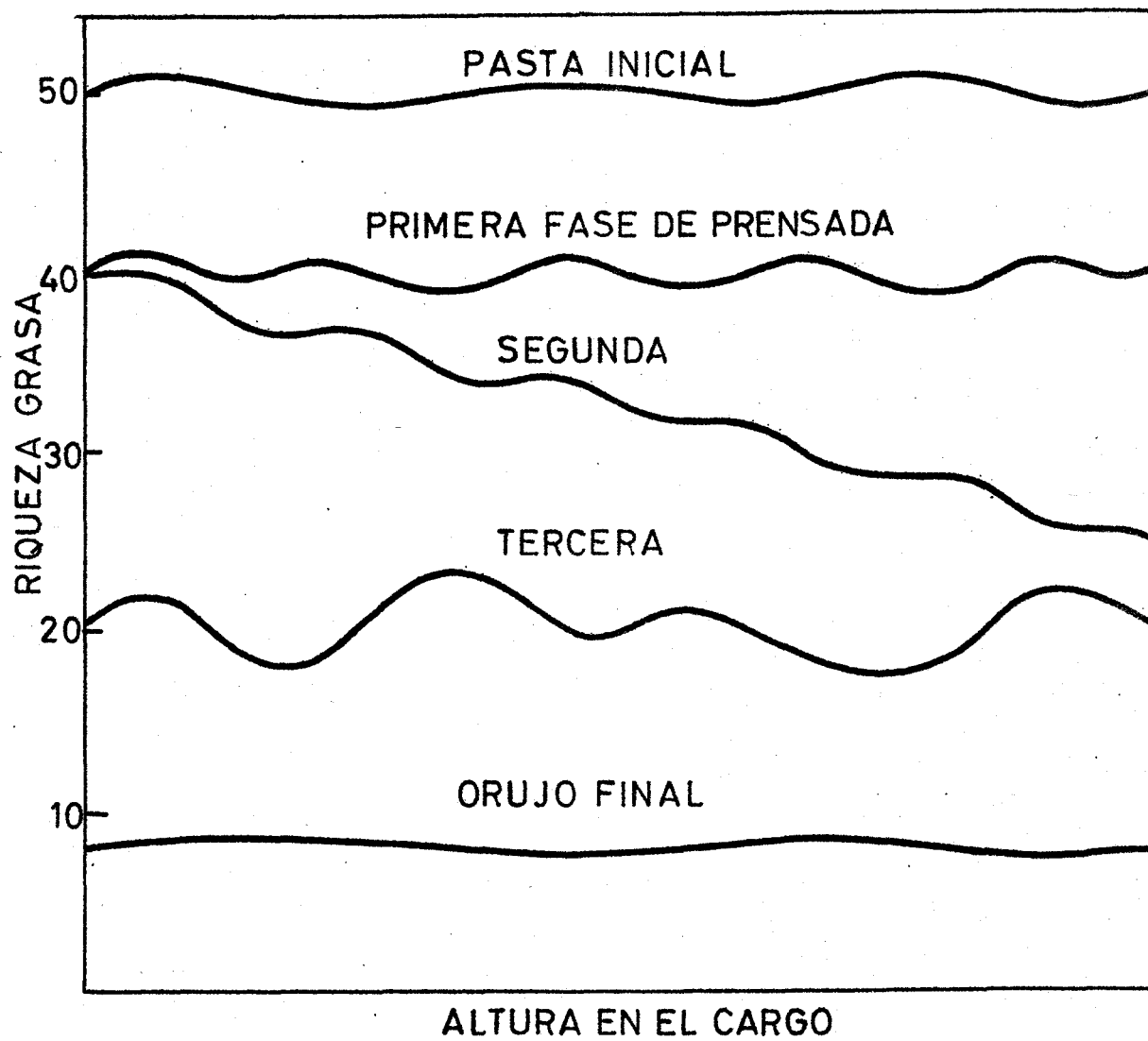


Fig. XXXII

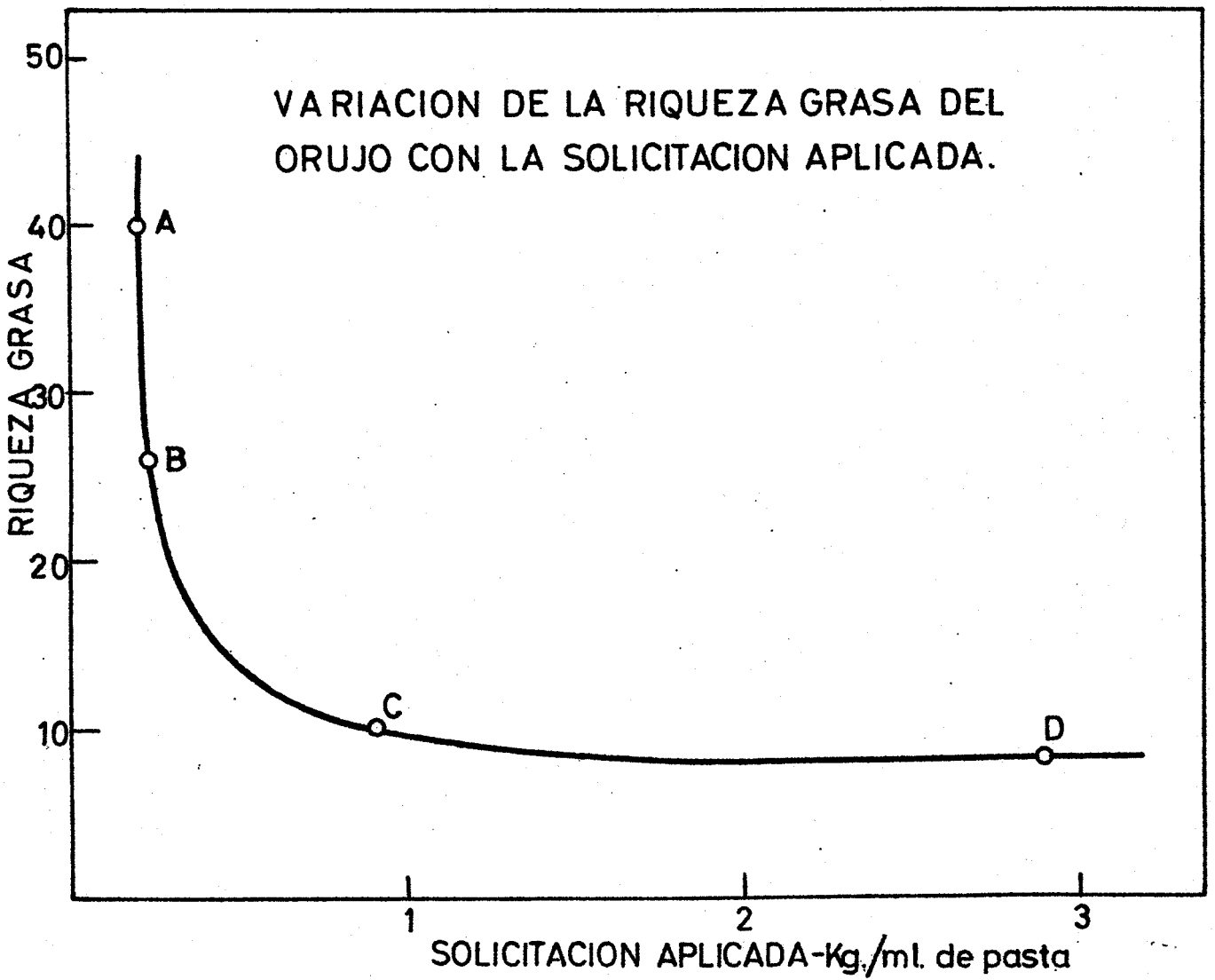


Fig. XXVII

3ª.- Cuando en los distintos puntos del cargo vayan existiendo "solicitaciones" superiores a la del punto B de la curva de la figura XXVII, las variaciones de riqueza grasa con la altura se irán haciendo menos acusadas, perdiendo su regresión la significación estadística. Sin embargo, se conservará una dispersión en los valores de la riqueza grasa significativamente superior a la debida al error.

Cuando se trabaje en condiciones óptimas y la presión llegue a alcanzar valores muy elevados, zona CD de la figura, la dispersión en los valores de la riqueza grasa dejará de ser significativamente distinta de la dispersión debida al error; aunque las "solicitaciones" sigan encontrándose distribuídas con gran irregularidad en los distintos puntos del cargo.

La marcha del agotamiento en humedad de una pasta sigue, en líneas generales, un camino parecido al del caso de la riqueza grasa.

En la Tabla II puede observarse la existencia de las tres fases, o sea: conservación de la homogeneidad de la pasta inicial; dispersión totalmente atribuible a la regresión sobre la altura y al error experimental; y dispersión no atribuible en su totalidad a estos dos factores.

La fase final, de homogeneidad significativa en todos los puntos del cargo, no se ha encontrado, tal vez a causa de la rápida tendencia que presentan los orujos muy agotados, una vez separados de los capachos, a alcanzar un equilibrio higroscópico con el aire ambiente (108).

Las características del aceite, acidez e índice de yodo, no se encuentran directamente correlacionadas con el grado de agotamiento de la pasta en los distintos momentos de la prensada. Resulta

dos similares han sido encontrados recientemente en Italia al estudiar el agotamiento de los orujos (94).

Según se deduce fácilmente de las tablas correspondientes, existe una gran heterogeneidad en la composición de los orujos situados en los distintos puntos de un cargo de prensa de capachos.

Sin embargo, el estudio estadístico de la distribución de la humedad de estas muestras confirma significativamente la hipótesis, propuesta por Martínez Moreno y cols. (12), según la cual el máximo agotamiento tiene lugar en el anillo intermedio de cada torta depositada sobre los capachos.

La confirmación de esta hipótesis que da la distribución de las riquezas grasas de los orujos es menos significativa que la anterior.

En lo que respecta a la influencia de la altura en el cargo sobre el agotamiento de las muestras de orujo, puede establecerse que, en las cuatro operaciones estudiadas, se ha dado por terminado el proceso cuando se encontraban en su tercera fase, es decir, cuando la dispersión en los valores de la riqueza grasa y de la humedad es significativamente superior a la debida al error, sin que exista ya una regresión sobre la altura.

Un punto, que a primera vista resulta algo extraño es el siguiente:

Si, durante la fase final de la prensada, la distribución de "solicitaciones" en los distintos puntos del cargo es significativamente heterogénea, la ecuación cinética de separación del mosto total no debe ser una sencilla exponencial, sino una expresión mucho más complicada.

A esta objeción contesta claramente el siguiente razonamiento: La ecuación de salida del mosto total es la suma de las ex-

ponenciales correspondientes a cada zona del cargo. Como sus constantes de tiempo "to" son siempre de un orden de magnitud muy pequeño - y presentan valores muy semejantes en todos los casos, la ecuación - suma es también una exponencial.



I V

M É T O D O P A R A E S T I M A R  
L O S R E N D I M I E N T O S

## MÉTODO PARA ESTIMAR LOS RENDIMIENTOS

Los estudios, tanto teóricos como experimentales, descritos en apartados anteriores, permiten elaborar un método que, en el plazo de unas horas, dé una información bastante aproximada sobre los rendimientos en aceite de oliva que, como mínimo, cabe esperar de una pasta de aceitunas molidas.

Conviene recordar que un método muy en boga desde hace muchos años e incluso en la actualidad es el nombramiento, en cada localidad aceitera, de una Comisión presidida por el Alcalde, que, más o menos a ojo, dictamina sobre el rendimiento en aceite que deben dar las aceitunas de la comarca.

El procedimiento más exacto, por ahora, para estimar el rendimiento de una pasta, de un modo racional, es el establecimiento de un modelo analógico que recoja todos sus posibles comportamientos frente a una "solicitud" exterior de tipo mecánico, completado con una estimación cuantitativa de los parámetros reológicos de dicho modelo. Este procedimiento puede exigir bastante tiempo, puesto que las operaciones experimentales de centrifugación, así como las estimaciones estadísticas de los parámetros, suelen resultar muy laboriosas.

Como una simplificación del procedimiento anterior, puede proponerse el siguiente método de centrifugación:

Se centrifuga, siguiendo la técnica descrita en la parte experimental, cuatro muestras de 200 g de pasta en tres etapas sucesivas.

1ª.- Se comienza aplicando, mediante un disco de hierro, una "solicitud" del orden de los 0,02 kg/ml, durante 15 minutos. Se retiran de los tubos de la centrífuga los líquidos separados.

2ª.- A continuación, se sube gradualmente durante 30 minu

tos, la "solicitud" aplicada hasta un valor final de 1,0 kg/ml.- Se retira el mosto separado.

3ª.- Se saca la pasta, ya bastante agotada, que queda en los tubos de la centrífuga después de las operaciones anteriores. - Se dislacera a fondo, con las paletas en sigma del Plastógrafo Brabender o aparato similar, durante 15 minutos. Se vuelven a llenar - los tubos con la pasta ya dislacerada y se aplica una "solicitud" de 2,0 kg/ml durante 30 minutos. Se retira el mosto separado. Lo - que queda en los tubos puede considerarse como el orujo final de la operación.

El rendimiento total en aceite se obtiene sumando las cantidades separadas en cada una de las tres etapas de la operación.

La duración total del método puede estimarse en unas tres horas si se dispone de material suficiente.

Si se desea conocer la riqueza grasa total de la pasta de que se parte, se extrae de todo el "orujo final" el aceite mediante desecación y tratamiento con hexano en Soxhlet.

Este método ha sido ensayado repetidas veces, empleándose las mismas pastas que en las operaciones de almazara. A continuación se presentan algunos datos típicos, comparándose los valores medios de las cantidades de aceite obtenidas por cada 100 g de pasta inicial.

<u>Procedencia</u>	<u>Prensada con capachos</u>	<u>Centrifugación</u>
Mairena	21,0	21,8
Las Navas	23,1	23,3
Lucena	17,4	18,2

Como otros datos de interés para juzgar la eficacia del - método propuesto, a continuación se insertan los valores medios de las cantidades de aceite que van unidas a 100 g de orujo seco y desgrasado.

<u>Procedencia</u>	<u>Prensa de capachos</u>	<u>Centrifugación</u>
Mairena	12,5	12,2
Las Navas	15,2	13,1
Lucena	16,6	13,8

Al estimar comparativamente estos datos, hay que tener en cuenta la variabilidad encontrada para el contenido de aceite en muestras de orujo tomadas de distintos puntos de un cargo.

El método propuesto facilita a los almazareros una información mucho más completa de lo que a primera vista pudiera esperarse, según se deduce de las consideraciones siguientes:

Los estudios y observaciones realizados hasta la fecha permiten establecer que, en general, el aceite contenido en una pasta puede clasificarse en uno de los tipos siguientes:

1º.- Aceite "suelto". Es el que se separa de la pasta sin apenas necesidad de prensado. Suele conocerse en la práctica como aceite de "primera presión". Presenta indudablemente la mejor calidad.

2º.- Aceite "normal". Se separa de la pasta cuando ésta es sometida a un proceso similar a un filtrado a presión, con torta y soporte compresibles. Su calidad suele ser ligeramente inferior a la del aceite "suelto".

3º.- Aceite "ocluido". Es la parte del aceite "normal" que no se separa de la pasta, a causa del cierre de los poros filtrantes que tiene lugar cuando la operación de prensado ha avanzado lo suficiente. Como se ha indicado en un apartado anterior, este aceite sale al renovarse, mediante efectos de dislacerado, la superficie de filtración de la pasta. Su calidad suele ser bastante inferior a la del aceite "normal", consecuencia lógica de la forma en que se ha logrado su separación.

El aceite "ocluído" que queda retenido en el orujo final-constituye la mayor parte del aceite que, previa desecación, separan los disolventes orgánicos.

4º.- Aceite "imbibido". Es el que se encuentra en el interior de la "matriz reticular" de los sistemas coloidales que, en forma de gel, existen en las llamadas pastas difíciles.

La separación parcial de este tipo de aceite puede conseguirse mediante la incorporación de ciertos tensioactivos a la pasta inicial, mediante la aplicación de una "solicitud" muy energética en los momentos finales de una prensada entre capachos, o mediante la extracción del orujo con disolvente(9).

Su calidad es tan inferior a la de los aceites de los tres tipos antes descritos que hay opiniones de que no debe considerarse como un verdadero aceite de oliva virgen.

Un proceso de extracción óptimo ha de alcanzar un alto rendimiento en aceite de calidad, separando la mayor cantidad posible de aceite "suelto" y procurando, al mismo tiempo, que sea mínimo el aceite "ocluído", salga o no salga este último durante la fase final de la prensada.

Teóricamente, todas las pastas procedentes de aceitunas de una misma partida deberían tener la misma cantidad de aceite "suelto". Sin embargo, la cantidad de este aceite que se obtiene en la práctica de almazara es muy variable, dependiendo considerablemente de la forma en que se hayan efectuado los procesos de molienda y de batido.

Según las experiencias realizadas al efecto, la cantidad global de aceite "ocluído" también depende de la preparación de la pasta. Mientras mayores sean la proporción de aceite "suelto" y la superficie efectiva de filtración en la pasta inicial, menor resulta la cantidad de aceite "ocluído". Como es natural, esta cantidad-

depende de la forma en que se lleven a cabo la preparación y la prensada del cargo.

Según los ensayos realizados al efecto, las cantidades de aceites "suelto", "normal" y "ocluido" que cede una pasta no son significativamente distintas de las cantidades de aceite obtenidas en las tres etapas sucesivas del método de centrifugación. A continuación se insertan los valores de acidez de muestras de aceite tomadas en los momentos inicial, medio y final de una operación de almazara, así como los correspondientes a los aceites obtenidos de la misma pasta en las tres etapas del método de centrifugación.

<u>Prensada de capachos</u>		<u>Centrifugación</u>	
<u>Muestra</u>	<u>Acidez</u>	<u>Etapas</u>	<u>Acidez</u>
Inicial	0,42	1ª	0,41
Media	0,63	2ª	0,57
Final	1,35	3ª	1,20

Como dato informativo, a continuación se inserta la distribución media, referida a 100 g de pasta inicial, en los tres tipos de aceitunas estudiados.

<u>Procedencia de las aceitunas</u>	<u>Aceite en la 1ª etapa</u>	<u>Aceite en la 2ª etapa</u>	<u>Aceite en la 3ª etapa</u>
Mairena	15,8	4,6	1,4
Las Navas	17,2	2,4	3,7
Lucena	13,3	1,8	3,1

El límite de confianza del 95 % calculado para estas estimaciones es 1,2.

De lo que acaba de exponerse se deduce el indiscutible interés práctico que tiene conocer las proporciones de aceite que una pasta, ya preparada para su colocación en los capachos, separa en las tres etapas del método de centrifugación.

También es de interés poseer una estimación de la cantidad máxima de aceite "suelto" que podría obtenerse de una pasta tratada en las mejores condiciones posibles. Estas condiciones no son difíciles de conseguir en cualquier almazara bien instalada, puesto que, como ya se ha indicado en varias ocasiones, un buen dislacerado aumenta considerablemente la cantidad de aceite "suelto".

Para dar cuenta del efecto que provoca el dislacerado con las paletas en sigma del Plastógrafo Brabender sobre la distribución de los tres tipos de aceite, se insertan los siguientes datos obtenidos con aceitunas de Las Navas.

<u>Tipo de molino</u>	<u>Tiempo de dislacerado</u>	<u>Aceite 1ª etapa</u>	<u>Aceite 2ª etapa</u>	<u>Aceite 3ª etapa</u>
Cilindros	10 min	17,2	2,5	4,3
"	0 "	8,4	5,4	10,0
Martillos	10 "	15,3	3,1	2,8

La pasta del molino de martillos sin dislacerar se comporta como un cuerpo de Bingham, puesto que no cede mosto durante la primera etapa y permite el hundimiento del disco hasta el fondo del tubo de la centrífuga, al alcanzarse una "solicitud" del orden de los 0,2 kg/ml en la segunda etapa.

Es decir, si esta pasta se hubiese sometido, entre capacho a una elevación rápida de presión, habrían tenido lugar proyecciones violentas de la misma hacia el exterior del cargo(70).

De los resultados anteriores se deduce el interés que presenta la siguiente ampliación del método propuesto:

Una vez estimado el rendimiento, tanto total como en los tres tipos de aceite, se somete otra muestra de la pasta en estudio a un proceso de dislacerado a fondo con paletas en sigma. Se aplica el método de centrifugación a la pasta ya dislacerada.

Se comparan los rendimientos obtenidos. Un aumento significativo en la cantidad de aceite "suelto" ha de interpretarse -- como indicación de que la pasta en estudio no está preparada lo me jor posible.

El interés de conocer la cantidad mínima de aceite -- "ocluido", que necesariamente ha de quedar retenido en el orujo, -- depende del enfoque que se dé al problema, tan discutido hoy día, -- de la rentabilidad del agotamiento exhaustivo de los orujos en las prensas (94), asunto del que no ha de tratarse en esta Tesis.

Ahora bien, sí se indicará que la aplicación al "orujo-final" (es decir, al contenido de los tubos de la centrífuga des-- pués de la 3ª etapa del método) de un dislacerado a fondo, con paletas en sigma, seguido de una adecuada centrifugación, permite ob tener una estimación del máximo agotamiento que puede alcanzarse.

La cantidad y la calidad del aceite así separado son, -- sin duda alguna, datos valiosos para establecer las condiciones de máxima rentabilidad económica de una prensada.



V

C O N C L U S I O N E S

## C O N C L U S I O N E S

=====

1.- Los tratamientos efectuados a una pasta, antes de su prensada, tiene una gran influencia sobre diversas propiedades de cada fracción de alpechín que se separa de ella.

2.- Para igualdad de las demás condiciones, las viscosidades de las distintas fracciones de alpechín que se separan de una pasta normal de almazara, a lo largo de una prensada, disminuyen - sensiblemente a medida que aumenta el tiempo transcurrido. Este descenso es al principio muy acusado, alcanzando las viscosidades de las últimas fracciones separadas valores prácticamente constantes.

3.- Un comportamiento semejante se observa en la concentración en coloides presentes en el alpechín.

4.- Todas las demás características del alpechín estudiadas (densidad, concentración en materia no coloidal) permanecen - prácticamente constantes.

5.- El descenso de concentración en materia coloidal no proteica de las sucesivas fracciones de alpechín se debe a su retención en los poros del sistema filtrante.

6.- No existe retención selectiva de proteínas en el proceso de prensada.

7.- En el interior de una pasta existen dos clases de aceite, "suelto" y "normal", cuyas proporciones dependen de los tratamientos previos de la pasta. Lo mismo sucede con el alpechín,

8.- Las proteínas deben estar casi en su totalidad en el alpechín "suelto", por lo que prácticamente salen todas en las primeras fracciones que abandonan el cargo.

9.- Dentro de ciertos límites, el prensado de aceitunas-molidas es un proceso de filtración en el que, tanto el medio de -

filtración como la torta, son parcialmente compresibles.

10.- Los valores de los parámetros de la fórmula de filtración, deducida de la ecuación general de Carman, dependen de la forma en que se haya molido y dislacerado la pasta.

11.- La renovación de la superficie filtrante de una pasta bastante agotada favorece considerablemente la separación del aceite y del alpechín que aún conserva.

12.- Disponer de un modelo analógico adecuado para una pasta es una forma muy útil de conocer su comportamiento.

13.- Se establece un método que permite predecir el rendimiento en aceite que puede obtenerse, como mínimo, de una pasta de aceitunas molidas.

14.- Se establece una ampliación del método anterior que permite estimar si la preparación de una pasta ha sido la mejor posible, en lo que respecta a su rendimiento en aceite.

V I

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

130

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS  
=====

- 1.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 8 (1957) 155
- 2.- J.M.R. de la Borbolla y colbs. Grasas y Aceites 4 (1953) 123
- 3.- J.M.R. de la Borbolla y C. Gómez Herrera. Grasas y Aceites 7 (1956) 303.
- 4.- J.M. Soroa. "Elayotecnia", Ed. Dossat, S.A. Madrid, 1959
- 5.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites, Número especial (1957) 38
- 6.- A. Vian y J. Ocón. "Elementos de Ingeniería Química". Ed. - Aguilar, S.A. Madrid, 1957
- 7.- J. Brown. "Unit Operations", John Wiley and Sons, New York 1951
- 8.- J.M. Martínez y colbs. Grasas y Aceites 8 (1957) 112  
R. Márquez Delgado. Anales Real Soc. Españ. Fís. y Quím. 55A (1959) 283-295
- 9.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 13 (1962) 111
- 10.- P.G. Garoglio. "Oleificio", Ramo Ed. Agric. Roma, 1960
- 11.- G.B. Martinenghi. "Oli, Grassi e Derivati", 3ª Ed. U. Hoepli, Milano, 1963
- 12.- Almazara Instituto de la Grasa. Grasas y Aceites 9 (1958) 105
- 13.- J. Laisney. Semaine Inf. Huilerie. (1954) pág. 25
- 14.- Almazara Instituto de la Grasa. Grasas y Aceites 7 (1956) 133
- 15.- Idem. Idem 14 (1963) 147
- 16.- Idem. Idem 8 (1957) 191
- 17.- Idem. Idem 6 (1955) 111
- 18.- Idem. Idem 6 (1955) 219
- 19.- Idem. Idem 12 (1961) 1
- 20.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 9 (1958) 157
- 21.- Idem. Idem 12 (1961) 118
- 22.- Idem. Idem 12 (1961) 267
- 23.- Idem. Idem 13 (1962) 1
- 24.- Idem. Idem 10 (1959) 170

- 25.- J.M. Martínez Moreno y colbs. *Grasas y Aceites* 12 (1961) 213; - *Anales Real Soc. Españ. Fís. y Quím.* 55B (1959) 765, 57B (1961) 453 y 58B (1962) 81; *Fette Seifen Anstrichmittel* 63 (1961) 915
  - 26.- J.M. Martínez Moreno y colbs. *Grasas y Aceites* 13 (1962) 155
  - 27.- Idem. III Intern. Kong. Grenzflachemaktive Stoffe, Band IV pág. 584
  - 28.- B.M. Craig y N.L. Murty. *J.Am. Oil Chemists' Soc.* 36 (1959) 549
  - 29.- S. Anselmi. *Riv. Ital. Sost. Grasse* 38 (1961) 404
  - 30.- F. Paolini y E. Pascucci. *Riv. Ital. Sost. Grasse* 38 (1961) 265
  - 31.- F. Mazuelos. *Grasas y Aceites* 13 (1962) 239 y 15 (1964) 12
  - 32.- J. Gracián y colbs. *Grasas y Aceites* 13 (1957) 212 y 14 (1963) 101
  - 33.- J.H. Perry. "Chemical Engineering Handbook", Mc Graw-Hill - Book Co. New York, 1950
  - 34.- J.A. Fiestas. *Grasas y Aceites* 4 (1953) 63
  - 35.- A. Moreno Luque. *Trabajo Inst. Biol. Animal*, 8 (1945) 317
  - 36.- G. Leoncini y F. Rogat. *Bol. Inst. Sup. Agrar. Pisa*, 10 (1934) 346
  - 37.- J.M.R. de la Borbolla y colbs. *Grasas y Aceites* 6 (1955) 5
  - 38.- F.G. Sandret. *Études et travaux École Marocaine*, Pub. N° 2 (1957)
  - 39.- C. Gómez Herrera y C. Janer del Valle. *Grasas y Aceites* 7 (1956) 294
  - 40.- J. Gracián y colbs. *Grasas y Aceites* 12 (1961) 174
  - 41.- E. Marini y G. Andreani. *Riv. Ital. Sost. Grasse*, 40(1963) 516
  - 42.- J.M. Martínez Moreno y colbs. *Grasas y Aceites* 13 (1962) 61
  - 43.- A. Uzzan. *Rev. Franc. Corps Gras* 9 (1962) 616
  - 44.- C. Carocci Buzi. *Olivicoltura* 17 (1962) n° 3, 4
  - 45.- G.W. Scott Blair. "Advances in Food Research", Vol. VIII, Academic Press, New York, 1958
  - 46.- M. Weintraub. *Ind. Eng. Chem.* 53 (1961) 405
  - 47.- B. Persoz. "Introduction á l'Étude de la Rhéologie", Dunod - Paris, 1960
- G. Martín Guzmán. *Rev. Plást. Mod.* 13 (1963) 3, 98, 186, 287, 366, 460

- 48.- M. Reiner. "Deformation, Strain and Flow", Lewis and Co. - London, 1960
- 49.- Idem. "12th Lectures on Theoretical Rheology", North-Holland Pub. Co., Amsterdam, 1949
- 50.- A. Bondi. Ind. Eng. Chem. Fundamentals 2 (1963) N<sup>o</sup> 2, 95
- 51.- E.C. Bingham. "Fluidity and Plasticity". Mc Graw-Hill, New York, 1922
- 52.- A.A. Trapeznikaff. Rheol. Acta 1 (1961) 617
- 53.- J.J. Hermans. "Flow Properties of Disperse Systems", North-Holland Pub. Co. Amsterdam, 1953
- 54.- G.W. Scott Blair. "Foodstuffs, their Plasticity, Fluidity and Consistency", North-Holland Pub. Co. Amsterdam, 1953  
  
P. Flory. "Principles of Polymer Chemistry". Cornell University Press. New York, 1953
- 55.- B. Jirgenson. "Organic Colloid", Elsevier Pub. Co. Amsterdam, 1958
- 56.- A. Dinsdale y F. Moore. "viscosity and its Measurement", Reinold Pub. Corp. New York, 1962
- 57.- J.R. Van Wazer y colbs. "Viscosity and Flow Measurement" Ed. John Wiley and Sons, New York, 1963
- 58.- R. Rutgers. Rheol. Acta, 2 (1962) 305
- 59.- F. Eirich. "Rheology", Academic Press Inc. Pub. New York, 1958
- 60.- S.H. Maron y colbs. J. Colloid Sci. 6 (1951) 584 y 8 (1953) 130 y 300
- 61.- A.W. Adamson. "Physical Chemistry of Surfaces", Interscience Pub. Inc. New York, 1960
- 62.- J.T. Davies y E.K. Rideal. "Interfacial Phenomena", Acad. - Press. New York, 1961  
  
E.A. Moelwyn-Hugues. "Physical Chemistry", Pergamon Press, London, 1957
- 63.- P. Mukerge. J. Colloid Sci. 12 (1957) 267
- 64.- R.K. Finn. "New Chemical Engineering Separation Techniques" Ed. M. Schoen. Interscience Pub. Inc. New York, 1962
- 65.- C. Tanford. "Physical Chemistry of Macromolecules", John - Wiley and Sons Inc. New York, 1961
- 66.- S. Glasstone y colbs. "Theory of Rate Processes", Mc Graw-Hill Book Co. New York, 1951

- 67.- H.E. Tschakert. III Intern. Kong. Grenzflächenaktive Stoffe, Band III, pág. 169
- 68.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 13(1962) 197
- 69.- A.M. Schwartz y colbs. "Surface Active Agents and Detergents", Interscience Pub. Inc. New York, 1958
- 70.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 14(1963) 197
- 71.- J.F. Davidson y D. Harrison. "Fluidised Particles", Cambridge University Press, 1963
- 72.- R. Kirk y D. Othmer. "Encyclopedia of Chemical Technology" Ed. A. Standen, Interscience Inc. New York, 1960
- 73.- G.D. Dickey. "Filtration", Reinhold Pub. Corp. New York, 1961
- 74.- J.M. Coulson y J.F. Richardson. "Chemical Engineering", Vol. II, Pergamon Press, London, 1954
- 75.- B.F. Ruth y colbs. Ind. Eng. Chem. 25 (1933) 76
- 76.- G.H. Bolt Kolloid Z. 175 (1961) 31
- 77.- A.F. Orlicek. Génie Chim. 76 (1956) 65
- 78.- H. Miessner. Fette u. Seifen 55 (1953) 714
- 79.- H.P. Grace. Chem. Eng. Prog. 49 (1953) 303
- 80.- M. Weintraub. Ind. Eng. Chem. 56 (1964)Nº 4, 43
- 81.- D. Jacqmain. Chim & Ind. Genie Chimique 85 (1961) 259
- 82.- "Proc. Symposium Interaction between Fluids and Particles" Ed. P.A. Rottenberg, Institution Chemical Chemical Engineers, London, 1962
- 83.- G.H. Bolt. Kolloid Z. 175 (1961) 144
- 84.- J.R. Whitaker. Anal Chem. 35 (1963) 1950
- 85.- V.K. La Mer y colbs. J. Phys. Chem. 67 (1963) 2417
- 86.- P. Flodin. "Chromatography", Ed. E. Heftmann, Reinhold Pub. Co. New York, 1960
- 87.- P. Andrews. Nature 196 (1962) 475
- 88.- G.H. Lathe. Biochem J. 62 (1956) 665
- 89.- P.I. Brewer. Nature 190 (1961) 625
- 90.- T.C. Laurent. Acta Chem. Scand. 17 (1963) 2664
- 91.- B.V. Deryagin. "Research in Surface Forces", Consultant Bureau, New York, 1963



- 92.- R.A. Guenther y M.L. Vietor. Ind. Eng. Chem. Prod. Res. Dev. 1 (1962) 165
- 93.- P. Baudrillart. Inf. Oleicoles Internationales (1961)Nº14,77
- 94.- G. Petruccioli y colbs. Olearia 17 (1963) 52
- 95.- A. Vioque y colbs. Mikrochimica Acta 1 (1956) 804
- 96.- E.T. Severs. "Rheology of Polymers", Reinhold Pub. Corp. New York, 1962
- 97.- M. Loncin. "Les Opérations Unitaires du Génie Chimique, Dunod, París, 1961
- 98.- B. Stuke. Chimie-Ingenieur-Technik. 33 (1961) 173
- 99.- J.M. Martínez Moreno y colbs. Grasas y Aceites 13 (1962) 165 y 15 (1964) 1
- 100.- R.L. Collins. "Flow of Fluids through Porous Materials", - Reinhold Pub. Corp. New York, 1961
- 101.- C.L. Amero. Ind. Eng. Chem. 55 (1963) 40
- 102.- M. Van der Tempel. "Rheology of Emulsions", Ed. P. Sherman Pergamon Press, Oxford, 1963
- 103.- D.K. Tressler y M.A. Josslyn. "Fruits and Vegetable Juices" Avi. Pub. Co. Inc. Westport, 1961
- 104.- C.C. Mill. "Rheology of Disperses Systems", Pergamon Press Oxford, 1959
- 105.- S.M. Siegel. "The Plant Cell Wall", Pergamon Press, Oxford, 1962
- 106.- W. Bladergroen. "La Físico-química en la Medicina y en la Biología", Espasa-Calpe, S.A. Madrid, 1946
- 107.- V.L. Ingmanson. Chem. Eng. Progress. 49 (1958) 577
- 108.- J.M. Martínez Suárez y F. Ramos. Grasas y Aceites 4 (1953) 138.

= = = = =

Reunido el Tribunal integrado por los abajo firmantes:

en el día de la fecha, para juzgar la Tesis Doctoral de Don Juan Pereda Clarín titulada Contribución al estudio de la Botánica de la extracción del aceite de Oliva

acordó aprobarla y otorgarle la calificación de Por merecimiento summa laude

Sevilla, a 22 de Diciembre de 1964

El Vocal,

[Signature]

El Vocal,

[Signature]

El Vocal,

[Signature]

El Vocal Presidente,

[Signature]

El Vocal Secretario,

[Signature]

El Secretario,

[Signature]