

Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum (Schltdl) Benth*) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA

Edward Mario Augusto Guerrero Gutiérrez

Asesorado por: Inga. Telma Maricela Cano Morales.

Guatemala, mayo de 2008

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum (Schltdl) Benth*) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA

FACULTAD DE INGENIERÍA

POR:

EDWARD MARIO AUGUSTO GUERRERO GUTIÉRREZ

ASESORADO POR: INGA. TELMA MARICELA CANO MORALES

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MAYO DE 2008

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO:	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL I	Inga. Glenda Patricia García Soria
VOCAL II	Inga. Alba Maritza Guerrero de López
VOCAL III	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
VOCAL IV	Br. Kenneth Issur Estrada Ruiz
VOCAL V	
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO:	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADOR	Inga. Telma Maricela Cano Morales
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl De León De Paz
EXAMINADOR	Ing. Jorge Rodolfo García Carrera
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivónne Véliz Vargas

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

Cumpliendo con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum (Schtdl) Benth*) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA,

tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha febrero de 2008.



EDWARD MARIO AUGUSTO GUERRERO GUTIÉRREZ



CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERIA
FACULTAD DE INGENIERIA
UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



Guatemala 18 de febrero 2008


Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
Director
Escuela de Ingeniería Química
Universidad de San Carlos de Guatemala

Respetable Ingeniero Álvarez:

Atentamente me dirijo a usted para informarle que he revisado el informe final de trabajo de graduación titulado "LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA" desarrollado por el estudiante de Ingeniería Química Edward Mario Augusto Guerrero Gutiérrez, carné No. 2003- 12362.

Por lo cual, después de haber realizado la revisión del respectivo informe final y de haberle hecho las correcciones pertinentes, considero que llena los requisitos para su aprobación.

Atentamente,


Inga. Telma Mariela Cano Morales
Colegiado 433
ASESORA
Supervisora Sección Química Industrial
Centro de Investigaciones de Ingeniería/CII
Universidad de San Carlos de Guatemala





UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

Guatemala, 24 de abril de 2008
Ref. EI.Q.115.2008

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente.

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el Acta TG-024-08-B-IF le informo que reunidos los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del informe final del trabajo de graduación, para optar al título de INGENIERO QUÍMICO al estudiante universitario **EDWARD MARIO AUGUSTO GUERRERO GUTIÉRREZ**, identificado con carné No. 2003-12362, titulado: **LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth), PROVENIENTE DE JOCOTÁN CHIQUIMULA**, el cual ha sido asesorado por la Ingeniera Química, Telma Maricela Cano Morales como consta en el Acta.

Habiendo encontrado el referido informe final **satisfactorio**, se procede a recomendarle autorice al estudiante **Guerrero Gutiérrez** proceder con los trámites requeridos de acuerdo a normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"D Y ENSEÑAD A TODOS"

Inga. Teresa Evelyn de León Arana, M.Sc.

COORDINADORA

Tribunal que reviso el informe final
Del trabajo de graduación

ESCUELA DE
INGENIERÍA QUÍMICA

Cc: archivo



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA.

El Director de la Escuela de Ingeniería Química Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía M. Sc. Después de conocer el dictamen del Asesor con el Visto Bueno del Jefe del Departamento al trabajo de Graduación del estudiante **Edward Mario Augusto Guerrero Gutiérrez** titulado: "LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA", procede a la autorización del mismo

Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR ESCUELA INGENIERÍA QUÍMICA



Guatemala, mayo de 2008

Universidad de San Carlos
de Guatemala



Facultad de Ingeniería
Decanato

Ref. DTG. 1/2.2008

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al trabajo de graduación titulado: **LIXIVIACIÓN PARAMETRIZADA Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA A NIVEL LABORATORIO DEL EXTRACTO COLORANTE DE LA CORTEZA DEL QUEBRACHO (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) PROVENIENTE DE JOCOTÁN, CHIQUIMULA**, presentado por el estudiante universitario **Edward Mario Augusto Guerrero Gutiérrez**, procede a la autorización para la impresión del mismo.

IMPRÍMASE.


Ing. Murphy Olimpo Paiz Recinos
DECANO



Guatemala, mayo de 2008

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

Gracias Dios Padre Todopoderoso, por haberme permitido llegar a este momento, en los tiempos más difíciles siempre estas ahí. Eres y serás mi guía a lo largo de toda mi vida, con tu ayuda he logrado mantenerme de pie siguiendo siempre hacia delante. A ti Virgencita María que con tu amor y protección has cuidado de mí y de mi familia. Nos has servido de ejemplo para mantenernos firmes y ser pacientes. Es un honor estar aquí de pie y dedicar este acto a mi Papá Mario y mamá Crucita. No tengo palabras que expresen mi agradecimiento por todo su amor, paciencia, dedicación, entrega; son admirables y dignos de ejemplo. Gracias por sus consejos, este momento se los dedico con todo mi amor. Sin ustedes no lo hubiera logrado. Mis adorables hermanas, he compartido 23 y 21 años de buenos momentos con ustedes. Gracias por ayudarme a lo largo de toda mi vida, alegrarme, aconsejarme y alentarme a ser mejor persona día con día. Ustedes saben que yo las quiero mucho, saben que en momentos buenos y malos contamos uno con el otro. Infinitas Gracias Dios por haberme dado a mi familia y aunque tengamos un diferencial en nuestro carácter eso hace que aprendamos uno del otro y podamos integrarnos mejor. A mis amigos, gracias por los viajes, las noches electrónicas, las tardes de estudio, las reuniones, y por todos esos momentos tan agradables compartidos incondicionalmente. A mi abuela, tíos, primos y demás familia mi agradecimiento.

AGRADECIMIENTOS

A todos los que de una u otra forma colaboraron en el desarrollo de este trabajo de graduación, especialmente a:

Inga. Qca. Telma Maricela Cano: por su asesoría, consejos, paciencia y por los alegres momentos vividos a lo largo del desarrollo de este trabajo.

Ing. César Alfonso García: por su valiosa colaboración al revisar el trabajo de graduación y alentarme a buscar la excelencia como persona y estudiante.

A Ginger Méndez, Mónica Soto, David Reynoso y Leslie Taracena, por el apoyo brindado.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES -----	VII
LISTA DE SÍMBOLOS -----	XIII
GLOSARIO -----	XV
RESUMEN -----	XIX
OBJETIVOS -----	XXI
HIPÓTESIS -----	XXIII
INTRODUCCIÓN -----	XXV
1. MARCO TEÓRICO -----	1
1.1 Colorantes naturales-----	1
1.1.1 Antecedentes-----	1
1.1.2 Definición-----	5
1.1.3 Clasificación de los colorantes-----	7
1.1.3.1 Colorantes de origen vegetal-----	7
1.1.3.2 Carotenoides-----	7
1.1.3.3 Clorofila-----	8
1.1.3.4 Antocianinas-----	9
1.1.3.5 Flavonoides-----	9
1.1.3.6 Betalainas-----	11
1.1.3.7 Taninos-----	11
1.1.3.8 Colorantes de origen animal-----	11
1.1.3.8.1 Mioglobina y hemoglobina-----	11
1.1.3.8.2 Cochinilla-----	11

1.1.3.9 Colorantes de origen mineral -----	12
1.1.3.9.1 Dióxido de titanio -----	12
1.1.3.9.2 Azul ultramarino-----	12
1.1.4 Características físicas y químicas -----	12
1.1.4.1 Colorantes directos-----	12
1.1.4.2 Mordentados -----	13
1.1.4.3 Tipo de reducción-----	15
1.1.4.4 Pigmentados -----	15
1.1.4.5 Clasificación punto de vista molecular-----	15
1.1.4.5.1.Nitrocolorantes -----	15
1.1.4.5.2 Azocolorantes -----	16
1.1.4.5.3 Colorantes del trifenilmetano -----	16
1.1.5 Uso artesanal de colorantes naturales en el teñido de	
Fibras naturales -----	16
1.1.5.1 Fibras textiles naturales -----	17
1.1.5.2 Fibras de origen vegetal -----	17
1.1.5.3 Fibras de origen animal -----	18
1.1.5.4 Fibras de origen mineral -----	18
1.1.6 Extracción, purificación e identificación de los colorantes -----	18
1.1.6.1 Tipos de extracciones en plantas-----	18
1.1.6.2 Purificación e Identificación -----	20
1.2 Quebracho (<i>Lysiloma auritum</i> Schltld. Benth) -----	22
1.2.1 Descripción-----	22
1.2.2 Plantación -----	23
1.2.3 Turno y crecimiento-----	23
1.2.4 Uso y manejo en fincas -----	24
1.2.5 Sistema de fincas-----	24
1.2.6 Distribución -----	24

1.2.6.1 Ecología -----	24
1.2.6.2 Natural -----	24
1.2.7 Sinónimos-----	25
1.3 Cromatografía -----	26
1.3.1 Cromatografía de Reparto -----	27
1.3.2 Cromatografía de permeación -----	27
1.3.3 Cromatografía de Intercambio Iónico -----	27
1.3.4 Cromatografía de exclusión -----	28
1.3.5 Cromatografía de capa fina-----	28
1.3.5.1 Proceso de adsorción -----	29
1.3.5.2 Fase estacionaria-----	29
1.3.5.3 Preparación de las placas para cromatografía-----	30
1.3.5.4 Aplicación de muestra-----	30
1.3.5.5 Desarrollo de la placa -----	30
1.3.5.6 Cámara para el desarrollo-----	31
1.3.5.7 Identificación de especie -----	31
1.4 Índice de refracción -----	32
1.5 Lixiviación -----	33
1.5.1 Preparación del sólido -----	33
1.5.2 Operación en Estado Estacionario -----	35
1.5.2.1 Tanques con agitación -----	35
1.5.2.2 Diseño de Tanques con agitación para contacto líquido sólido -----	35
1.5.2.2.1 Suspensión de sólidos-----	36
1.5.2.2.2 Cálculo de la potencia requerida para Extracción a nivel laboratorio -----	36
2. METODOLOGÍA -----	53
2.1 Localización-----	53
2.2 Recursos humanos-----	53

2.3 Obtención de las muestras -----	53
2.4 Diseño de tratamientos -----	54
2.4.1 Análisis Estadístico -----	55
2.4.2 Generación de datos-----	58
2.5 Metodología experimental -----	61
2.5.1 Materiales y equipo a utilizar en la experimentación -----	61
2.5.1.1 Materia prima -----	61
2.5.1.2 Cristalería -----	61
2.5.1.3 Equipo -----	61
2.5.1.4 Reactivos -----	63
2.5.2 Método de extracción del tinte natural a nivel de laboratorio----	64
2.5.3 Método de extracción del tinte natural a nivel de laboratorio	
a diferentes tiempos de lixiviación-----	66
2.5.4 Métodos para la caracterización de los tintes naturales -----	67
2.5.4.1 Determinación de densidad -----	67
2.5.4.2 Determinación del índice de refracción-----	67
2.5.5 Identificación de flavonoides-----	67
2.5.5.1 Reacciones coloridas -----	67
2.5.6 Análisis cromatográfico en capa fina -----	68
2.5.6.1 Preparación de la muestra-----	68
2.5.6.2 Preparación de las soluciones estándar -----	68
2.5.6.3 Preparación de la fase móvil-----	69
2.5.6.4 Preparación de la placa cromatográfica-----	69
2.5.6.5 Desarrollo de la placa cromatográfica -----	69
2.5.6.6 Preparación de las soluciones reveladoras -----	70
3. RESULTADOS-----	71
4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS-----	87

CONCLUSIONES	93
RECOMENDACIONES	97
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	99
BIBLIOGRAFÍA	101
APÉNDICE	103
Apéndice A: Diagramas	103
Apéndice B: Análisis estadístico	107
Apéndice C: Datos calculados y originales	125
Apéndice D: Fotos de la experimentación	131

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1	Cromóforos comunes	6
2	Auxócromos comunes	6
3	Hojas de <i>Lysiloma auritum</i> (Quebracho)	23
4	Distribución de <i>Lysiloma auritum</i> en Centro América	25
5	Mapa de Chiquimula	26
6	Gráfica de la relación diámetro tanque/ diámetro impulsor	40
7	Gráfica de la concentración de taninos en madera teórica en función del tiempo en segundos	51
8	Plancha de calentamiento	61
9	Bomba de vacío	62
10	Balanza	62
11	Rotavapor	63
12	Equipo de lixiviación con reflujo	65
13	Gráfica del Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10	78
14	Gráfica del rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente. Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10	79
15	Gráfica del pH de la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10	80
16	Gráfica del pH de la extracción de metabolitos colorantes en función del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente.	81

	Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10	
17	Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 15 minutos	83
18	Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 60 minutos	84
19	Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 120 minutos	85
20	Procedimiento para la elaboración de tesis de extracción de colorantes naturales	103
21	Diagrama de Lixiviación	104
22	Diagrama de Causa y Efecto para determinar variables en lixiviación	105
23	Equipo de lixiviación con reflujo en funcionamiento	131
24	Filtrado del extracto utilizando una bomba de vacío	132
25	Secado de muestras utilizando una plancha de calentamiento.	132
26	Diferentes muestras evaporadas para obtener el extracto colorante.	133
27	Rotavaporación de muestras de extracto colorante	132
28	Prueba colorimétrica de identificación de flavonoides, en extracto colorante, utilizando (de izquierda a derecha), ácido sulfúrico, cloruro férrico, una reacción de Shinoda y la muestra original.	134
29	Prueba precipitométrica de identificación de taninos, en extracto colorante, utilizando (de derecha a izquierda) gelatina y gelatina sal 1%.	134
30	Cromatografía en capa fina realizada a extractos colorantes de Quebracho	135

TABLAS

I	Volúmenes atómicos y moleculares	45
II	Datos al equilibrio del extracto de quebracho	48
III	Tiempo de contacto y % de concentración de taninos en madera	50
IV	Variables para el diseño unifactorial	54
V	Análisis de Varianza para el Diseño Unifactorial	56
VI	Rendimiento promedio porcentual del proceso de lixiviación para cada solvente utilizado	71
VII	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 15 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C	71
VIII	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 60 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C	72
IX	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 120 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C	72
X	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 15 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 80°C	73
XI	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 60 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una	73

	temperatura de 80°C.	
XII	Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 120 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 80°C.	74
XIII	Índice de refracción de los extractos colorantes en función del solvente y el número de extracciones sucesivas. Realizado a 20°C y presión atmosférica.	74
XIV	Densidades promedio de los extractos colorantes en función del solvente utilizado, realizado a 20°C y presión atmosférica.	75
XV	Reacción colorida de Shinoda para la identificación de Flavonoides en el extracto colorante.	75
XVI	Reacción colorida con Ácido Sulfúrico para la identificación de Flavonoides en los extractos colorantes.	75
XVII	Análisis cromatográfico en capa fina para la determinación de la presencia de Quercitina, rutina, Ácido Clorogénico e Hiperóxido en extractos colorantes de Quebracho.	76
XVIII	Pruebas de identificación de taninos para extractos colorantes del Quebracho.	76
XIX	Pruebas de Antocianinas para extractos colorantes del Quebracho.	77
XX	Porcentaje promedio de Taninos en extracto colorante, utilizando diferentes solventes.	77
XXI	Análisis de Varianza para el Diseño Unifactorial	108
XXII	Análisis estadístico para la densidad del extracto colorante con diferentes solventes para un nivel de confianza del 99%	109
XXIII	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la primera extracción para un nivel de confianza del 99%.	109

XXIV	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la segunda extracción para un nivel de confianza del 99%	110
XXV	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la tercera extracción para un nivel de confianza del 99%.	111
XXVI	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando agua para un nivel de confianza del 99%.	112
XXVII	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando etanol 70% (v/v), para un nivel de confianza del 99%	112
XXVIII	Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando etanol 35% (v/v), para un nivel de confianza del 99%.	113
XXIX	Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes siendo la primera extracción, para un nivel de confianza del 99%.	114
XXX	Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes siendo la segunda extracción para un nivel de confianza del 99%	116
XXXI	Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes, siendo la tercera extracción para un nivel de confianza del 99%.	117
XXXII	Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando etanol 70% (v/v), para extracciones sucesivas	119
XXXIII	Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando agua para extracciones sucesivas para un nivel de confianza del 99%.	121

XXXIV	Análisis estadístico para el porcentaje de taninos en extracto colorante utilizando diferentes solventes, para un nivel de confianza del 99%.	123
XXXV	Datos originales para extracción con diferentes solventes.	125
XXXVI	Datos originales para extracción con diferentes solventes.	126
XXXVII	Datos originales para densidad de extracto colorante con etanol 70% (v/v) a 20 °C.	126
XXXVIII	Datos originales para densidad de extracto colorante con etanol 35% (v/v) a 20 °C.	127
XXXIX	Datos originales para densidad de extracto colorante con agua a 20 °C.	127
XL	Datos originales para índice de refracción del extracto colorante con agua a 20 °C.	128
XLI	Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10.	129
XLII	Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente. Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10.	130

LISTA DE SÍMBOLOS

a_{pL}	Superficie de sólidos/ volumen líquido
a_{pS}	Superficie de sólidos/ masa de sólidos
C	distancia, impulsor hasta el fondo del tanque
CCl₄	tetracloruro de carbono
cm	centímetro
Co	concentración inicial
C1	concentración final
D_{AB}	Difusividad
di	diámetro del impulsor
d_p	diámetro de la partícula
g	aceleración de la gravedad
g_c	factor de conversión
g/mL	gramos/mililitros
Hi	Hipótesis alternativa
Ho	Hipótesis nula
HCl	ácido clorhídrico
H₂SO₄	ácido sulfúrico
SbCl	cloruro de estaño
FeCl₃	cloruro férrico
K_L	coeficiente de transferencia de masa de la fase líquida
M_B	peso molecular del solvente
m	metro, coeficiente de distribución.
mm	milímetro
msnm	metros sobre el nivel del mar
n	número de impulsores sobre un eje, adimensional
N	rapidez de giro
P	potencia del agitador transmitida al fluido o lodos.

Po	Número de Potencia, adimensional
rpm	revoluciones por minuto
Re_p	Número de Reynolds de la partícula
Ss	Cantidad de compuesto libre de adsorbato
Sh_L	Número de Sherwood de la fase líquida
Sc_L	Número de Schmidt de la fase líquida
T	diámetro del tanque / Temperatura absoluta para difusión
V_{ts}	velocidad terminal de asentamiento de esferas simples
v/v	relación volumen/volumen
w/v	relación peso/volumen
Y_{ij}	Observación en el i-ésimo tratamiento en la j-ésima repetición
Z'	altura arriba del plano medio del impulsor superior
°C	grados Celsius
ρ_m	densidad de la suspensión debajo de Z'
v_m	volumen de la suspensión
ϕ_{sm}	fracción volumen de sólidos en la suspensión debajo de Z', adimensional
μ_l	Viscosidad del solvente
$\Delta\rho$	Densidad de la partícula/sólido menos densidad del solvente
ρ_l	Densidad del solvente
ϕ_{ss}	Fracción volumen de sólidos en el lecho de sólidos después de la sedimentación final en un líquido tranquilo.
v_l	Volumen líquido en un proceso por lotes
φ	Factor de disociación para un disolvente, adimensional
v_A	Volumen molal del soluto en el punto de ebullición normal
θ	tiempo de contacto mínimo

GLOSARIO

Auxócromo	Radicales químicos que dan a las sustancias colorantes cierta afinidad con las fibras. Tienen la propiedad de fijar a la fibra eficazmente el colorante deseado.
Colorante Natural	Es toda aquella materia colorante que tiene origen vegetal, animal o mineral.
Cromóforos	Son las agrupaciones atómicas no saturadas responsables de que se produzca absorción de la luz de la zona visible y que aparezca color.
Difusión	Flujo de energía o materia desde una zona de mayor concentración a otra de menor concentración, tendente a producir una distribución homogénea.
Extracción	Separación de los componentes de cualquier sustancia por el contacto con un líquido.

Extracto colorante

Producto obtenido del proceso de extracción sólido – líquido, en donde el producto son todos los compuestos, incluyendo el colorante afín al solvente utilizado.

Flavonoide

Son los pigmentos virtualmente universales en las plantas. Casi siempre solubles en agua y son responsables del color de flores, frutos y, algunas veces, de las hojas. Los flavonoides están también universalmente presentes en la cutícula de la hoja y células epidérmicas donde aseguran protección contra el efecto de la radiación ultravioleta

Lixiviación

Es la disolución preferente de uno o más componentes de una mezcla sólida por contacto con un disolvente líquido.

Operaciones de Adsorción

Son aquellas operaciones que explotan la capacidad especial de ciertos sólidos para hacer que sustancias específicas de una solución se concentren en la superficie de la misma.

**Operación en estado
no estacionario (lixiviación)**

Son aquellas operaciones en que los sólidos y líquidos se ponen en contacto únicamente en forma de lotes.

Tamizaje fitoquímico

Técnica que se utiliza para detectar metabolitos secundarios presentes en especies vegetales, desde el punto de vista cualitativo y se basa en la realización de reacciones químicas con diferentes reactivos, donde la aparición de determinado color o precipitado coloreado o no, es indicativo de la presencia de un determinado metabolito

Tanino

Compuestos polifenólicos elaborados en el interior de las plantas principalmente herbáceas y leñosas, formados por carbono, hidrógeno y oxígeno, al aplicarse en pieles las convierten en cueros, en que le confiere una función protectora.

RESUMEN

Se realizó un proceso de transferencia de masa, a nivel laboratorio, para obtener el extracto colorante que se encuentra en la corteza de árbol del Quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth), con el fin de determinar el rendimiento del extracto en la corteza. Además, se determinó la velocidad de agitación del sistema en revoluciones por minuto y el tiempo de contacto mínimo, (tanto el teórico como el experimental), que debe de tener el solvente respecto a la materia prima utilizada.

Para el proceso de transferencia de masa, se utilizaron los principios de la lixiviación, para ello se utilizó agua, etanol 35% (v/v) y etanol 70% (v/v), como solventes, un tamaño de partícula de corteza seca que pasara por el tamiz 50 y quedase retenida en el tamiz 60. Se realizaron 5 repeticiones para cada solvente, cada una con tres extracciones sucesivas, dando un modelo experimental de 45 repeticiones. Al extracto obtenido se le realizó un tamizaje fotoquímico para su caracterización.

En el caso del tiempo de contacto mínimo se utilizó agua y etanol 50 % (v/v) como solventes, el mismo tamaño de partícula; se tomaron como referencia tiempos de extracción de 15, 60 y 120 minutos realizando extracciones sucesivas para cada muestra, hasta que el peso del extracto fuera de 0.01 g.

El rendimiento del extracto varía significativamente respecto al solvente utilizado. Para el Etanol al 70% (v/v) se obtuvo un 19.17 en promedio para la primera extracción, siendo éste el mayor rendimiento de todos los solventes utilizados. De igual manera, el rendimiento varía significativamente respecto a la extracción sucesiva realizada.

Caso contrario, el rendimiento del extracto no varía significativamente con el tiempo, por lo que la extracción se puede detener a los 15 minutos iniciados el contacto solvente/materia prima. Con los resultados obtenidos se crearon curvas de extracción mostrando la tendencia del proceso de transferencia de masa a diferentes tiempos de contacto sólido/líquido y extracción sucesiva realizada.

OBJETIVOS

GENERAL

Extraer y caracterizar, a nivel laboratorio, el extracto tintóreo obtenido de la corteza del quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth)

ESPECÍFICOS

1. Evaluar el rendimiento del extracto de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) en función de las extracciones sucesivas que se le realicen.
2. Evaluar el rendimiento de los extractos de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) utilizando tres solventes para la extracción.
3. Caracterizar, por medio de un tamizaje fitoquímico y cromatografía en capa fina, el tipo de colorante obtenido de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth)

HIPÓTESIS

Hipótesis general

Es factible extraer y caracterizar el extracto tintóreo obtenido de la corteza del quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth).

HIPÓTESIS ESTADÍSTICA

Hipótesis Nula

El rendimiento del extracto obtenido de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) es independiente del solvente utilizado.

$$\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

Hipótesis alternativa

El rendimiento del extracto obtenido de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) varía significativamente dependiendo del solvente utilizado.

$$\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Hipótesis Nula

Existe diferencia significativa en el rendimiento del extracto tintóreo obtenido de la corteza del quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) en función de cada extracción sucesiva y según el solvente utilizado

$$\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$$

Hipótesis alternativa

No existe diferencia significativa en el rendimiento del extracto tintóreo obtenido de la corteza del quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth) en función de cada extracción sucesiva y según el solvente utilizado

$$\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$$

INTRODUCCIÓN

La importancia de los colorantes naturales en la industrial textil desapareció con el uso de los colorantes sintéticos empleados en distintas fibras, pero en los últimos 10 años; el uso de colorantes naturales en el ámbito mundial se ha incrementado de forma explosiva, debido a la exigencia de sus usos en las industrias alimenticias, farmacéuticas, textil, cosméticas, entre otros. Esto se debe a las exigencias que se tienen con el uso de productos “amigables” con el medio ambiente.

Los colorantes naturales han tenido mucho auge debido a su biodegradabilidad y a su baja toxicidad, dichos colorantes se emplean tanto para el teñido de fibras naturales o sintéticas como también en la industria de alimento.

Existe en Guatemala una gran riqueza vegetal, plantas que contienen sustancias activas del tipo colorante como flavonoides, xantonas, quinonas, carotenoides, etc.

El presente trabajo de investigación, de graduación se refiere a la investigación de una especie vegetal, Quebracho (*Lysiloma auritum*), con potencial para su uso como colorante natural en la industria textil en el teñido de fibras. Comunidades que se encuentran en el municipio de Jocotán, Chiquimula, obtienen de manera empírica el colorante del quebracho para confeccionar artículos artesanales, realizados con fibras naturales, que venden en el mercado de Jocotán y Chiquimula.

Se pretende parametrizar el proceso de lixiviación del colorante natural del quebracho (*Lysiloma auritum*), teórica y experimentalmente. Para éste último se pretende utiliza tres tipos de solventes, determinando el rendimiento obtenido del extracto colorante para cada uno; encontrando en cual de ellos optimiza el proceso de extracción.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Colorantes naturales

Los colorantes han sido ampliamente utilizados en la preparación de alimentos y bebidas, y siguen siendo a nivel mundial una contribución significativa en la preparación y procesamiento de los mismos. De igual manera, desde la antigüedad, antes del desarrollo de la industria de colorantes de síntesis, el teñido de fibras se hacía con plantas conteniendo colorantes naturales, llamadas tintóreas.

Antecedentes

Los pigmentos naturales para textiles, derivados de plantas, animales y minerales han sido usados por miles de años. Históricamente, la mayoría de las fuentes de colorantes naturales han sido recolectados en estado silvestre.

Sólo algunos pocos, como el índigo y la cochinilla han sido cultivados comercialmente a gran escala. A mediados de 1800, los químicos empezaron a producir sustitutos sintéticos de colorantes naturales y por 1914, solamente el cuatro por ciento del índigo utilizado como colorante para textil era extraído de plantas. Posteriormente, se ha incrementado el interés en colorantes naturales a medida que los consumidores toman conciencia

de los problemas ecológicos y ambientales relacionados con el uso de colorantes naturales.

El uso de colorantes naturales disminuye significativamente la calidad de afluentes tóxicos relacionados con el proceso de tinción. Los colorantes naturales, son a menudo, utilizados en fábricas de cáñamo o algodón de crecimiento orgánico, el cultivo requiere menos sustancias sintéticas que el cultivo del algodón convencional.

En la actualidad, existe gran cantidad de información que abarca desde la siembra, hasta la aplicación de los colorantes, tanto de origen natural como sintéticos.

El área Maya, por su localización en la franja del trópico, cuenta con una gran diversidad de flora y fauna originada gracias a las grandes diferencias de altitud y pluviometría.

En ella encontramos cuatro de los colorantes más preciados a través de la historia humana, los cuales son: el añil que se extrae de la planta llamada jiquilite, el caracol de la púrpura (*Púrpura patula*) oriundo de las costas del Pacífico y golfo del Caribe, el insecto de la grana cochinilla (*Dactylopius coccus*), huésped de las plantas del género *Opuntia* y *Nopalea* y el *Haematoxylon campechianum* de los yucatecos, que los españoles denominaron palo de Campeche en alusión al principal punto de procedencia en las llanuras pantanosas de esa providencia.

Guatemala, desde la época colonial y hasta finales del siglo XIX fue uno de los principales productores y exportadores de materias colorantes

naturales en el mundo entero. La cochinilla, el añil y el palo amarillo eran los principales colorantes que se producían.

En los libros antiguos, como los Códices Mayas pueden encontrarse referencias acerca de los colorantes naturales utilizados por los indígenas en los años del esplendor de la cultura Maya. Años después, en la época de la conquista, los mismos españoles llevaron al viejo mundo el añil o jiquilite, materia tintórea de color azul intenso, que los aborígenes de América Central usaban para teñir las plumas de sus penachos. En la época colonial, los tintes naturales y el cacao, ocuparon un lugar importante en la producción nacional. Se teñían los hilos de lana y algodón con gran variedad de colorantes naturales.

A partir de 1870 aproximadamente, los colorantes químicos empiezan a ser una fuerte competencia para los tintes naturales. Hasta el año 1920, la cochinilla se usaba para teñir en color rojo, la mayor parte de la producción se encontraba en la Antigua Guatemala y Amatitlán.

La necesidad de volver a lo natural, en armonía con el medio ambiente, ha influenciado en los estudios de colorantes naturales obtenidos de plantas y animales, para ser utilizados en la industria de los alimentos, textiles, cosméticos y medicamentos, actualmente se han realizado trabajos de investigación sobre este tema y se ha establecido de esta manera fundamentos científicos.

En el año 1987, Augusto Domínguez, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, desarrolla el trabajo de investigación denominado: Extracción de los pigmentos del tipo Xantofilas contenido en la flor *Tapetes erecta* (Marigold), (esta flor es una planta

ampliamente conocida por su alto contenido de colorantes del tipo carotenoides), utilizando métodos de saponificación en frío y saponificación en caliente para determinación de Xantofilas, presentados por el AOAC en su 13° edición (1980), demostrando que mediante el método de saponificación en frío se obtienen resultados más altos, que con el método de saponificación en caliente.

En el año de 1999, se realizó un curso de tintorería natural para tejedores momostecos, el cual subvencionado por el PROYECTO ALA 94/81, PRODETOTO, SEP/UE, PROSIGUA, PROART, CEDART y ejecutado por la FUNDACIÓN GABINA J.M., éste tenía como objetivo publicar un manual para el tintorero momosteco, en donde se explica el procedimiento del teñido de hilos de algodón y lana con tintes naturales, especifica el equipo y tipo de instalación para el tintorero, proporciona una lista de las sustancias botánicas de donde se extraen algunos tintes, así como los parámetros que deben controlarse en todo proceso de teñido. Es de hacer notar que todo este procedimiento se realiza de manera rudimentaria y empírica.

En la sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de Ingeniería USAC, en la línea de investigación de Extractos Vegetales de la Inga. Qca. Telma Maricela Cano Morales, se han venido realizando estudios de Extracción de Colorantes Naturales.

En marzo de 2004, Henry Estuardo del Cid Vásquez presentó su trabajo de graduación titulado Extracción a nivel laboratorio, de los pigmentos colorantes del tipo flavonoides contenidos en la flor del Subín (*Acaria farnesiana L. Willd*) proveniente de un bosque silvestre guatemalteco, en el cual se estudia el rendimiento promedio de extracto de flavonoides en relación a la cantidad de materia prima utilizando tres solventes utilizando el

método Soxhlet, determinando mediante pruebas colorimétricas, cromatográficas y espectrofotométricas, que si existe presencia de colorantes flavonoides (principalmente Quercetina, hiperósido, rutina). En octubre de 2004 Byron Alfredo Quiñónez Figueroa realizó el trabajo titulado Extracción de colorante de chile jalapeño (*Capsicum anuum L.*) a nivel laboratorio con tres solventes con el objetivo de extraer colorantes del tipo carotenoides contenidos en el chile jalapeño (*Capsicum Nahum L.*) en estado maduro a nivel de laboratorio con tres diferentes solventes provenientes del departamento de Santa Rosa, específicamente Barberena, utilizando un extractor de cuchillas. Concluyendo de que existe diferencia significativa entre los rendimientos de cada solvente utilizado en la extracción de colorante del tipo carotenoides provenientes del chile jalapeño.

Definición

Un colorante natural es toda aquella materia colorante que tiene origen vegetal, animal o mineral.

Para que una sustancia coloreada, sea considerada colorante, deberá contener grupos cromóforos llamados auxócromos, los que le dan a la sustancia afinidad con la fibra.

El color en las sustancias orgánicas se da por la presencia de ciertas agrupaciones atómicas en la molécula, llamadas cromóforos, las molécula que los contiene se llama cromógeno y es una sustancia coloreada, pero no un colorante, es decir, capaz de fijarse de manera permanente sobre las fibras textiles. Para que posea esta cualidad se necesita la presencia en la molécula de otras agrupaciones atómicas, los auxócromos.

Los grupos cromóforos más comunes son:

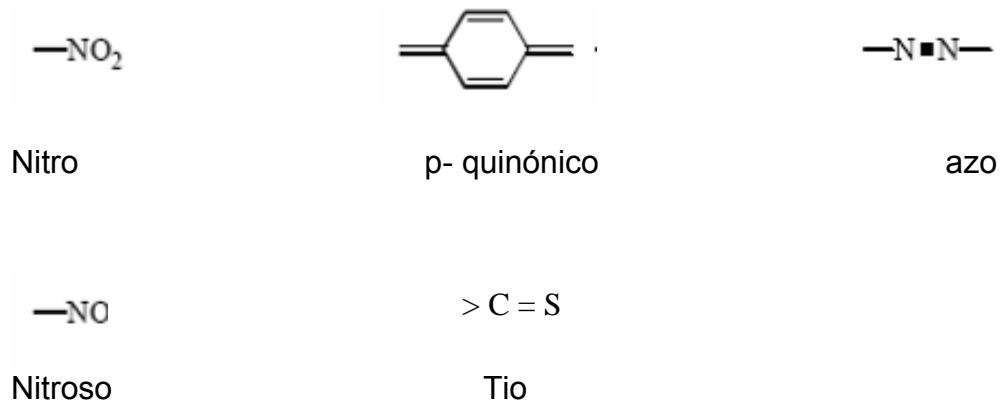


Figura 1. Cromóforos comunes

Y los auxóchromos comunes son:

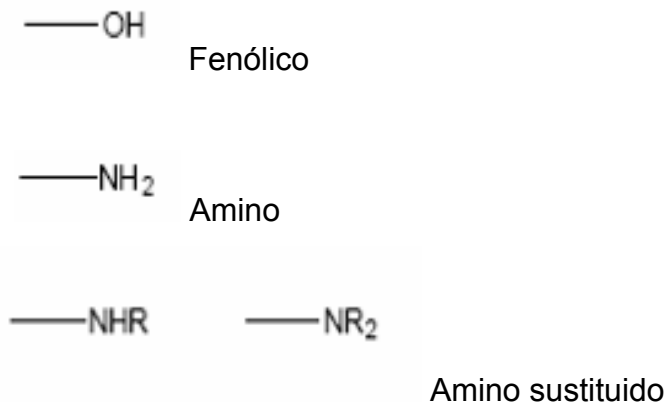


Figura 2. Auxóchromos comunes.

Un ejemplo aclara la función de un grupo cromóforo:

El benceno es una sustancia incolora porque no ejerce ninguna absorción selectiva sobre las radiaciones visuales, sus bandas de absorción están en el ultravioleta.

El azobenceno posee un color (es un cromógeno) debido a la presencia del grupo azo. Con relación al benceno podemos decir que su banda de absorción se ha corrido hacia el espectro visible, con lo cual ya ejerce una acción selectiva.

Además de los grupos considerados, existen otros que convierten el colorante, generalmente insoluble en agua, en soluble, y son los grupos salificables:

Entre ellos encontramos:

-SO₃H Grupo sulfónico

-COOH Grupo Carboxilo

Clasificación de los colorantes

Los colorantes naturales se clasifican según su procedencia en: vegetales, animales y minerales.

1.1.3.1 Colorantes de origen vegetal

Los colorantes vegetales se dividen en 6 grupos:

1.1.3.2 Carotenoides

La estructura química básica de la mayoría de estos compuestos es poliélica, de 40 átomos de carbono y se dividen en dos grandes grupos: carotenos y xantofilas (Badui 1993; Fenema 1993).

Los carotenos, que son aquellos que poseen una de coloración rojiza y anaranjada. Dentro de los carotenos tendríamos los siguientes:

Los betacarotenos: éstos son precursores de la vitamina A. Se trata de un pigmento vegetal que, una vez ingerido, se transforma en el hígado y en el intestino delgado en vitamina A. Es un componente antioxidante que favorece la no aparición del cáncer, especialmente el de pulmón, boca y estómago. También se ha demostrado que previene la aparición de enfermedades del corazón.

El Alfa-caroteno: con propiedades más destacadas como antioxidante que el betacaroteno, aparece en los mismos alimentos que este aunque en una proporción menor.

Las xantofilas: pigmentos de color amarillo que se encuentran en las hojas de plantas superiores y en cierto grupo de algas. Dentro de los carotenos tendríamos los siguientes:

La luteína: pigmento liposoluble de color amarillento que aparece en algas, bacterias y plantas superiores. Su función sería la de proteger la planta contra la radiación solar. Esta misma propiedad resulta eficaz para proteger la retina humana de las radiaciones ultravioleta del sol.

La zeaxantina: con propiedades similares a la luteína.

La capsantina: ésta es un pigmento rojo que se encuentra junto con otros carotenoides, como la capsoburina. Tiene propiedades antioxidantes.

1.1.3.3 Clorofila

Este es, tal vez, el pigmento más abundante en la naturaleza y se encuentra en los cloroplastos. Es soluble en no polares. Los tipos de

clorofila más importantes son la a y b, teniendo una proporción de 3:1 (Badui 1993; Fenema 1993).

1.1.3.4 Antocianinas

Son pigmentos hidrosolubles con características de glucósidos, responsables de los colores rojo, anaranjado, azul y púrpura de las uvas, manzanas y fresas.

1.1.3.5 Flavonoides

Son glucósidos formados por una aglicona que en muchos casos deriva del 2 fenilbenzopirona. Estos pigmentos son amarillos pero, a pesar de que existe un gran número de ellos, no contribuyen de manera importante en el color de los alimentos

Los flavonoides o bioflavonoides son pigmentos vegetales no nitrogenados. Su función dentro del mundo de las plantas parece ser la de atraer a los polinizadores hacia las flores o los animales que comen los frutos con la intención de que puedan dispersar mejor las semillas.

La estructura básica de un flavonoide consiste en dos anillos bencénicos unidos por un enlace de tres carbonos que forma un anillo pirónico con un oxígeno. Existen diferentes tipos de flavonoides, entre otros las flavonas, flavonoles, flavanonas, antocianidinas y catequinas. Estas sustancias difieren sólo en el estado de oxidación de los enlaces entre los tres átomos de carbono, y los compuestos que pertenecen a cada tipo de flavonoides difieren entre sí en el número y orientación de los grupos sustituyentes en los anillos bencénicos.

La mayoría de flavonoides se encuentra en las plantas como glucósidos en los que uno o más de los grupos hidróxido están unidos a azúcares.

Muchas veces los flavonoides son la respuesta adaptativa de las plantas a la intensa radiación ultravioleta. Estos componentes protegen y protegerían a las plantas de los nocivos efectos de estos rayos solares. Otras veces estos componentes presentan unos sabores desagradables.

Algunos flavonoides dan el color amarillo y el nombre general a estos principios, dado que flavus en latín significa amarillo. De este nombre deriva la palabra flavonoide.

Otros son los que proporcionan la coloración rojiza de las yemas, de los rebrotes o de las hojas en otoño. También son los responsables de los colores de muchos frutos.

Muchas variedades de color en las flores dependen de la acidez del medio. Un medio ácido proporciona coloraciones rojas fuertes, un medio alcalino dará la coloración azul y un medio neutro, proporcionará el violeta. Estas variaciones explican porque una misma planta, como la hortensia, varía de color según donde esté plantada.

Se han descubierto más de 600 flavonoides. Todos ellos parecen tener un papel muy importante en la alimentación humana, dado que presentan propiedades medicinales muy interesantes.

1.1.3.6 Betalainas

Este término se refiere a un grupo de aproximadamente 70 pigmentos hidrosolubles con estructura de glucósidos y que se han dividido en dos grandes clases: betacianinas (rojo) y betaxantinas (amarillo)

1.1.3.7 Taninos

Son una clase de compuestos fenólicos incoloros amarillo-café que se han dividido en dos grupos: los hidrolizables y los no hidrolizables

1.1.3.8 Colorantes de origen animal

Los colorantes animales se dividen en:

1.1.3.8.1 Mioglobina y hemoglobina

Tanto la mioglobina como la hemoglobina son proteínas conjugadas o hemoproteínas responsables del color rojo del músculo y de la sangre, respectivamente

1.1.3.8.2 Cochinilla

Se obtiene a partir del insecto *Datylolopius coccus* que se desarrolla en el nopal. El principio colorante es el ácido carmínico, es una antraquinona de color púrpura.

1.1.3.9 Colorantes de origen mineral

Los colorantes de origen mineral se dividen en:

1.1.3.9.1 Dióxido de titanio:

El dióxido de titanio es un pigmento colorante inorgánico (TiO_2), el cual es un polvo denso blanco, insaboro e inodoro.

1.1.3.9.2 Azul ultramarino

El ultramarino se produce por la pulverización del mineral lápiz lazuli, pero ahora se produce fundiendo juntos caolín carbonato o sulfato de sodio azufre y carbón, por cerca de 10 h en ausencia de aire.

1.1.4 Características físicas y químicas

1.1.4.1 Colorantes directos:

Son los grupos de colorantes de antocianina, carotenoides derivados de calcona. Los colorantes son obtenidos de una solución acuosa y esta extracción se usa directamente para teñir o pintar en frío o en caliente. A veces se usa sustancias auxiliares como ácidos o sales. Como ejemplo se tiene la flor de cártamo, cúrcuma, azafrán, cempoalxóchitl, etc.

Hay colorantes ácidos y básicos de este tipo. Estos dos tipos de colorantes se emplean especialmente en el teñido de lana y en poliamidas sintéticas.

Colorantes básicos: son sales amoniacas o complejos formados por cloruro de zinc o aminas. Algunos colorantes básicos de elevado peso molecular son absorbidos por el algodón y el rayón.

Colorantes ácidos: son sales de los ácidos sulfúricos y carboxílicos que se precipitan sobre la fibra.

La familia de los colorantes ácidos se llama así porque en la constitución química de colorantes se encuentran moléculas de grupos ácido. Son colorante solubles en agua y se aplican generalmente en fibras de lana, nylon y fibras acrílicas. Otros usos importantes son el teñido de la piel y papel

1.1.4.2 Mordentados:

Este tipo de colorantes no tienen por sí mismos el poder de entintar, sólo con un tratamiento especial de sales metálicas solubles que reaccionan sobre la fibra. Esta técnica se aplica a la mayoría de las plantas que dan color como la gardenia, cempoalxóchitl, rubia, cochinilla, palo de Campeche y de Brasil, etc.

El término mordentados se usa principalmente para los colorantes que se adiciona usando óxidos metálicos como mordiente. Especialmente se emplean como mordientes los óxidos de aluminio y cromo por formar precipitados insolubles

Los mordientes, aunque no son colorantes, tienen gran importancia en algunas técnicas de tinción. Los mordientes intensifican la tinción porque aumentan la afinidad de la fibra por el colorante.

Además de ayudar a que los colores sean más firmes y resistentes a la luz solar, los mordientes pueden modificar los colores, en algunos casos dándoles más brillo o viveza, en otros oscureciéndolos, y en otros transformando el color original en uno nuevo.

La industria textil utiliza sales metálicas de aluminio, hierro o plomo. Ácidos como el ácido tánico, usado para fijar colores básicos, sustancias orgánicas como la caseína, gluten, albúmina, que sirven para fijar los colores de estampados en los textiles.

La acidez o alcalinidad de un baño de tinte afecta de manera determinante el resultado del teñido e incide en su éxito final.

Existen mordientes de tipo ácido y básico

Mordientes Ácidos: Entre los ácidos, el más común es el crémor tártaro. Otros ácidos menos fuertes son el limón y el vinagre. Los taninos son también ácidos. Hay otras fuentes de ácidos menos conocidas como el ácido fórmico de las hormigas rojas y el ácido oxálico de las hojas de ruibarbo. Los ácidos se emplean en fibras animales. Fibras como el algodón y otras de origen vegetal pueden ser dañadas por los ácidos. Todos los entonadores y fijadores tienen una característica común, modificar el pH del colorante.

Mordientes Alcalinos: Entre los alcalinos más requeridos se encuentran el alumbre, el hierro, el amoníaco, cenizas y lejías (de banano, cáscaras de granos, etc.). Otros alcalinos son el carbonato de sodio y el bicarbonato de sodio. Los álcalis fuertes incluyen las lejías. El añil es el único tinte que requiere un álcali superior a 10. Las fibras de animales son especialmente susceptibles de ser dañadas por los álcalis

1.1.4.3 Tipo de reducción:

Derivados del indol, estas materias colorantes se encuentran en el interior de los cuerpos vegetales o animales, pero son insolubles, para darles solubilidad, se les aplica una sustancia reductora, obteniéndose una solución incolora que se aplica a la fibra y después, mediante una oxidación aparece el color, como ejemplo esta el añil.

1.1.4.4 Pigmentos:

Polvos de materiales minerales, son insolubles que no tienen poder de entintar, por lo cual solo pueden utilizarse mezclándose con otro cuerpo, como el engrudo, cola, resina, caseína, clara de huevo, etc., con los que se forma una pasta para pintar.

1.1.4.5 Clasificación punto de vista molecular

1.1.4.5.1 Nitrocolorantes

Son derivados nitrados o polinitrados de fenoles, uno de cuyos grupos nitro por lo menos está en posición orto o para con el fenólico.

Son colorantes ácidos, de los que se preparan sales sódicas o amónicas. Pertenece a este grupo el amarillo de Martius (2,4 – dinitronaftol)

1.1.4.5.2 Azocolorantes

Es uno de los grupos más numerosos e importantes. Contiene el cromóforo azo y el auxocromo puede ser básico como el amino o ácido como el –OH. Su estructura se conoce por productos de su reducción energética con estaño y ácido clorhídrico que da dos aminas.

1.1.4.5.3 Colorantes del trifenilmetano

Son hidróxidos o aminoderivados del trifenilmetano $(C_6H_5)_3CH$. Todos ellos pueden referirse a dos tipos: el de la fuchona y el de la fuchonimina. Los primeros son derivados hidroxilados, con dos hidroxilos, por lo menos, en posición *para* de dos núcleos bencénicos; los segundos poseen, por lo menos, dos grupos amino o aminosustituidos, igualmente en posición *para*, estando también quinonizados uno de los núcleos. En ambos casos su intenso color se debe a la resonancia de los iones trifenilcarbonio disimétricos.

Entre los colorantes tipo fuchona encontramos la benzaurina, la aurina, violeta de cromo. Entre los tipo fuchonimina tenemos el verde de malaquita y el violeta de genciana

1.1.5 Uso artesanal de colorantes naturales en el teñido de fibras naturales

Actualmente, muchas comunidades indígenas están elaborando sus tejidos con hilos teñidos con plantas tintóreas, utilizando métodos artesanales sencillos y que les proporcionan buenos resultados.

1.1.5.1 Fibras textiles naturales

Es el material con el cual se fabrican los hilos y los tejidos. Se encuentran en la naturaleza como parte de las semillas, en los vegetales o en el pelo de los animales. Muchas fibras se encuentran disponibles en el mercado y son de origen vegetal, animal o mineral.

1.1.5.2 Fibras de origen vegetal

La celulosa es el alto polímero natural más extendido e importante y constituye el material de sostén de las células vegetales. Todas las fibras vegetales como el algodón, lino, yute, cáñamo y ramio, contienen un sesenta y noventa por ciento de celulosa. Asimismo, las fibras de seda artificial o rayón y la lana vegetal están formadas exclusivamente por celulosa regenerada, la cual se obtiene por disolución y precipitación de la celulosa natural.

Las fibras vegetales se clasifican en fibras de semilla como el algodón y en fibras de líber, estas últimas se subdividen en fibras de tallo como el lino y en fibras de hoja como el henequén o yute.

1.1.5.3 Fibras de origen animal

Las fibras proteínicas más importantes son la lana y la seda. Así como la celulosa funciona en las plantas, las proteínas serán el sostén de los organismos animales. A este grupo pertenecen la queratina (lana, pelo, plumas) y la fibroína de la seda.

La lana procede principalmente de la oveja y en menor cantidad del pelo de camello, cabra, llama y conejo. Su calidad varía con relación a la raza, alimentación y medio ambiente de las especies ovinas.

La seda es el producto de secreción del gusano *Bombyx Mori*. Esa secreción líquida se va solidificando al aire, dando finalmente una fibra enrolada de unos mil metros de longitud.

1.1.5.4 Fibras de origen mineral

A este grupo pertenecen las fibras de alginato, vidrio, amianto y las diversas fibras metálicas. Estas fibras son de importancia secundaria, en la industria de los textiles.

1.1.6 Extracción, purificación e identificación de los colorantes

1.1.6.1 Tipos de extracciones en plantas

La extracción de colorantes de las plantas, depende básicamente de la parte de la planta que se utilice y la cantidad de agua que contenga.

En Geisman, 1962 en el capítulo 2, se pueden encontrar técnicas de extracción de flavonoides específicas para la parte de la planta que se desea utilizar como materia prima. Desde el punto de vista general podemos realizar tres tipos de extracciones de las plantas:

La preparación popular consiste en una extracción en agua de la planta fresca o seca con la ayuda de calor (infusión o decocción) o en alcohol (tintura, vino), en algunos casos se usa la planta fresca machacada, ya sea como cataplasma, jugo o polvo de la planta seca administrado directamente.

La extracción para tamizaje consiste en realizar una extracción por maceración a temperatura ambiente con uno a tres solventes con diferentes polaridades, generalmente diclorometano o hexano, éter o etanol y agua. Por la toxicidad y efectos farmacológicos de estos solventes es preciso concentrar los extractos evaporando el solvente a presión reducida y temperatura controlada (rotavapor) hasta alcanzar una mayor consistencia. En el caso de los extractos acuosos se suele concentrar por medio de liofilización. En esta forma los extractos son más estables y fáciles de almacenar y dosificar.

La extracción para elucidación estructural consiste en una maceración o extracción con Soxhlet usando inicialmente un solvente de amplio espectro (metanol o etanol) y luego fraccionamiento con diferentes disolventes o mezclas de disolventes que permitan separar las diferentes fracciones por partición. Idealmente el fraccionamiento debe ser guiado por un bioensayo que permita llegar a la estructura química responsable de la actividad en un tiempo relativamente corto. (Cáceres, 1996)

Los solventes usados para la extracción de estos compuestos son muy variados y pueden ser desde muy polares como agua y etanol para glicósidos o agliconas muy hidroxiladas, hasta menos polares como éter y cloroformo para flavonas altamente metoxiladas. (Lock, 1997)

1.1.6.2 Purificación e Identificación

La reacción más usual para la detección de los flavonoides en un extracto de planta es la reacción de Shinoda; al extracto incoloro o ligeramente amarillo se le coloca un pequeño trozo de magnesio y una pocas gotas de HCl concentrado, el desarrollo inmediato de coloración es indicativo de la presencia de flavonas y flavonoles (amarillo a rojo), flavanonoles (rojo a magenta), flavanonas (rojo, magenta, violeta, azul), isoflavonas (amarillo); isoflavononas, chalconas y auronas no dan coloración

Otras reacciones de color usuales son:

- Reacción con álcalis: los extractos acuosos pueden mostrar variaciones de color con el agregado de un álcali, si hay presencia de flavonas, flavanonoles e isoflavonas se ponen amarillas, flavanonas y flavonoles cambian de amarillo a naranja; chalconas de naranja a rojizo.
- Prueba de Marini Bettolo: con solución de SbCl₅ en CCl₄, los flavonoides en general dan colores característicos o precipitados; por ejemplo, las flavonas dan precipitado amarillo o anaranjado, y las Chalconas, rojo oscuro o violeta.

- Reacción con H_2SO_4 concentrado las flavonas y flavonoles dan coloración fuertemente amarilla, las flavanonas, anaranjadas o guindas; las chalconas y auronas, rojo, guinda o rojo azulado.
- Reactivo de Dimroth: solución de H_2BO_3 , en $(\text{CH}_3\text{CO})_2\text{O}$, las 5-hidroxiflavonas dan soluciones anaranjadas o rojas.
- Reacción con solución acuosa o etanólica de FeCl_3 ; aunque hay coloración en presencia de cualquier compuesto fenólico, la aparición de un color verde sugiere la presencia de un derivado de catecol y de un color azul de un derivado de pirogalol. (Lock, 1997)

Las técnicas cromatográficas usadas para la separación de flavonoides o su detección en un extracto de plantas son también muy variadas en cuanto a las técnicas mismas, así como las condiciones en las cuales ellas pueden realizarse. (Lock, 1997)

La cromatografía en papel es la más antigua y aún usada desde su introducción en 1948 por Bate Smith. Otra técnica es la cromatografía en capa fina (cp). La detección de los flavonoides por éstas dos técnicas puede hacerse por el color que desarrollan en el espectro visible y en el UV, apareciendo como manchas fluorescentes azules, rosadas, naranjas púrpuras y otras, las cuales se intensifican o cambian de color luego de su exposición a vapores de amoniaco, y comparándolas con relaciones conocidas de color y estructura. Otra técnica es la cromatografía en columna (cc), actualmente muy usada para purificaciones preliminares y para separaciones a escala preparatoria de grandes cantidades de flavonoides de extractos crudos de plantas.

Por otro lado, el espectro de absorción UV-V del compuesto aislado es útil para determinar el tipo de flavonoide. El espectro típicamente consiste de dos máximos de absorción en los rangos, 240-285 nm (banda II y BII), y 300-550 nm (banda I, BI). Se puede encontrar tablas de rangos para determinadas estructuras en Lock, 1997.

1.2 Quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth.)

Nombres comunes de *Lysiloma auritum* (Schltdl.) Benth según la región del país donde se encuentre:

Cicagüite en El Salvador, quebracho en Guatemala, Honduras y Nicaragua; quebracho azul en el Salvador, Honduras y Nicaragua quebracho blanco El Salvador y sarenegro en Guatemala

1.2.1 Descripción

Árbol caducifolio de tamaño mediano, que alcanza una altura de 20 m y un diámetro de 50 cm, copa irregular y ramas desde la mitad del tronco. La corteza de color gris a gris oscuro con presencia de lenticelas y escamas desprendiéndose en placas anchas. Internamente la corteza es de color café rojizo, con sabor astringente. Las ramas de color verde oscuro amarillento a pardo. Hojas alternas, bipinnadas, de 8 a 26 cm de largo, con abundantes pelos finos y una glándula redonda cerca de la base y otras dos más entre los últimos dos pares de pinnas. Presenta de 12 a 26 pares de pinnas de 2-6 cm de largo, sosteniendo entre 23 y 50 pares de hojuelas de 4 mm de largo y bordem liso. Las inflorescencias son cabezuelas de 1 a 1.5 cm de largo, sobre un pedúnculo lateral de 3 cm de largo. Las flores son blancas. Los frutos son vainas oblongas, delgadas de 12-16 cm de largo, color café rojizo, sin pelos. El ápice es agudo y la base en forma de tallo delgado.

Una vez maduras, los dos márgenes se ensanchan y se desprenden de la vaina y esta suelta muchas semillas elípticas de 8 mm de largo y color café.

Figura 3. Hojas del *Lysiloma auritum* (quebracho)



Fuente: OFI/CATIE, árboles de Centro América

1.2.2 Plantación

Experimentalmente se ha plantado en Guatemala a espaciamientos de 1x1m y 1.5x1.5m y hasta 8x8 m en sistemas agroforestales.

1.2.3 Turno y crecimiento

En Atescatempa, Guatemala, en condiciones de bosque seco, a 654 msnm, con una precipitación media anual de 1590 mm, en un suelo pedregoso, se estableció un ensayo de especies y procedencias con un espaciamiento de 1.5x1.5 m y los árboles alcanzaron una altura de 1.4 m a los 19 meses de edad. En esta misma condición y sitio, pero con espaciamiento de 1x1 m, alcanzaron 0.7 m de altura a los 17 meses de edad

1.2.4 Uso y manejo en fincas

En construcción, leña, postes y para curtir pieles. Se usa en la construcción de casas en México por sus características del color de la albura, blancuzca y el duramen negro con bandas anchas grisáceas.

1.2.5 Sistemas de finca

Puede encontrarse como sombra en cafetales y en cercas vivas. A veces se aprovecha del bosque natural.

1.2.6 Distribución

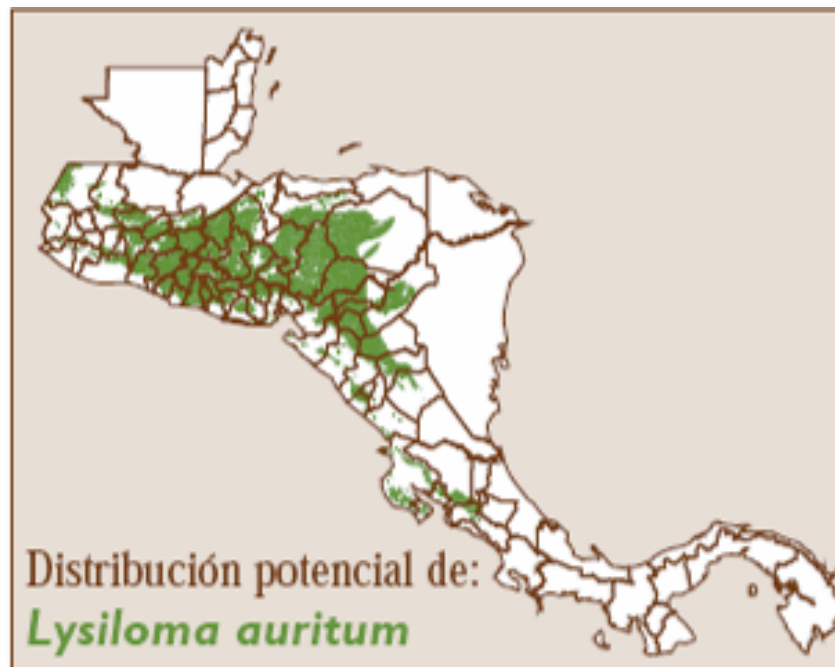
1.2.6.1 Ecología

Es un árbol poco común, se observa en colinas y a menudo en sitios secos, por lo que se restringe al bosque seco caducifolio. Crece desde el nivel del mar hasta los 1800 m.

1.2.6.2 Natural

Desde el sur de México hasta el noreste de Costa Rica. En Guatemala fue plantada a nivel experimental en Guatemala.

Figura 4. Distribución de *Lysiloma auritum* en Centro América



Fuente: OFI/CATIE, árboles de Centro América

1.2.7 Sinónimos

Lysiloma multifoliolatum y *Lysiloma nelsonii*

Figura No. 5 Mapa de Chiquimula



Fuente: Referencia 8.

1.3 Cromatografía

La cromatografía es una técnica de análisis químico utilizada para separar sustancias puras de mezclas complejas. Esta técnica depende del principio de adsorción selectiva. La cromatografía está basada en la diferencia de velocidad con que se mueven los solutos a través de un medio estacionario mediante el flujo en un disolvente llamado eluente.

La base de la técnica es que cuando un determinado soluto interactúa con dos fases, una de ellas, habitualmente sólida, llamada fase estacionaria, experimenta una serie de procesos (adsorción en fase sólida, solubilización en cada fase, arrastre por la fase móvil, etc.) que, en último extremo, llevan a que el soluto se reparta entre ambas fases. En el equilibrio, la relación

entre las concentraciones del soluto entre ambas fases es constante, y se denomina coeficiente de reparto. Si en una mezcla, cada componente tiene un coeficiente de reparto diferente del de los otros, la separación será buena. Naturalmente, dicho coeficiente depende de la naturaleza de las fases, así como de las condiciones de la cromatografía.

La cromatografía se clasifica en: cromatografía de reparto, cromatografía de capa fina, cromatografía de exclusión, cromatografía de permeación y cromatografía de intercambio iónico.

1.3.1 Cromatografía de reparto

La cromatografía de reparto se basa en la distribución de las moléculas de estos entre una fase estacionaria líquida, soportada sobre un sólido, y la fase móvil o eluyente del sistema. La fase móvil puede ser líquida o gaseosa según sea el caso. Si un soluto A se disuelve en B y C, la distribución entre ellos está dada por el coeficiente de reparto. Éste nos indica la relación que existe entre la concentración del soluto A en B y la concentración de A en C. La temperatura a la que el coeficiente de reparto se determina es constante

1.3.2 Cromatografía de permeación

En este tipo de cromatografía se emplean polímeros que se disuelven en solventes orgánicos como fase estacionaria.

1.3.3 Cromatografía de Intercambio Iónico

Se lleva a cabo con materiales especiales de estructura porosa e insoluble los cuales contienen grupos reactivos que están asociados a iones

hábiles capaces de intercambiarse con otros iones presentes en el medio que los rodea. Se emplea en separaciones de sustancias iónicas, tanto orgánicas como inorgánicas.

1.3.4 Cromatografía de Exclusión

La separación está basada en los diferentes volúmenes moleculares de los solutos. El tiempo de elusión es proporcional al peso molecular de los mismos, lo que da como resultado que no sea muy usada con compuestos de alto peso molecular. En este proceso principalmente, se emplean geles no iónicos de partículas uniformes y porosos como fase estacionaria.

1.3.5 Cromatografía en capa fina

La cromatografía de capa fina es una herramienta importante en la identificación de colorantes naturales. Se realiza por medio de placas cromatográficas, una fase estacionaria y una fase móvil.

La fase móvil es una mezcla de disolventes en diferentes proporciones, que emigra por la fase estacionaria debido, sobre todo, a la capilaridad. En su movimiento, arrastra más o menos a los componentes de una mezcla en función de sus mayores o menores coeficientes de reparto.

El coeficiente de reparto es poco empleado en la práctica. En su lugar, y relacionado con él, se emplea el denominado R_f , característico de cada sustancia, definido como la relación entre la distancia que recorre dicha sustancia y la que recorre la fase móvil. Las más insolubles tendrán, en el disolvente empleado, un R_f próximo a cero, mientras las más solubles se acercarán a uno.

La cromatografía en capa fina se puede emplear para separar distintos grupos de biomoléculas.

1.3.5.1 Proceso de adsorción

La muestra aplicada en la capa es adsorbida en la superficie del material por acción de fuerzas electrostáticas (fuerzas de Van der Waals, puentes de Hidrógeno, etc.). Luego, cuando la capa es expuesta a un flujo por acción capilar se inicia una competencia de enlaces entre sitios activos del adsorbente y la sustancia con el solvente.

1.3.5.2 Fase estacionaria (adsorbentes)

El adsorbente más utilizado es la gel de sílice, que funciona a menudo como soporte para el agua y otros disolventes polares en las separaciones líquido-líquido. Sin embargo, si se seca en un horno la capa de gel de sílice después de preparada, ésta pierde la mayor parte de la humedad y su superficie resulta predominantemente sólida de modo que sirve como adsorbente para separaciones líquida-sólido, se debe tener cuidado para evitar exponer la superficie a la atmósfera, ya que la absorción de la humedad del aire se da en pocos minutos.

Óxido de aluminio o alúmina (ácida, neutra o básica), tierra silícea o Kieselguhr, celulosa, poliamidas, son otros de los adsorbentes utilizados en los procesos de cromatografía en capa fina.

Estos adsorbentes deben tener cierta característica: tamaño de partícula, volumen de poro, diámetro de poro, área superficial, homogeneidad y pureza.

1.3.5.3 Preparación de las placas para cromatografía.

Las placas para cromatografía en capa fina, pueden prepararse distribuyendo una pasta acuosa del sólido dividido sobre la superficie limpia de una placa de vidrio, o un portaobjetos de microscopio. Por lo general, se agrega una sustancia adhesiva a la mezcla para mejora la adhesión de las partículas sólidas entre sí y con el vidrio. Se deja entonces la placa en reposo hasta que la capa se asienta y se adhiera intensamente a su superficie.

1.3.5.4 Aplicación de la muestra

La muestra se aplica en la capa según el objetivo: banda, punto o mancha. Se coloca una gota de la muestra cerca del extremo de la placa y se marca su posición con un lápiz.

1.3.5.5 Desarrollo de la placa

Es un proceso mediante el cual los compuestos son transportados a través de la fase estacionaria por la fase móvil. Después de colocar la gota de muestra se evapora el disolvente de la muestra, se coloca la placa en un recipiente cerrado saturado con los vapores del disolvente utilizado para el desarrollo. Se moja un extremo de la placa con el disolvente, teniéndose cuidado de no mojar la muestra. Después de que el disolvente ha recorrido

la longitud de la placa, ésta se retira y se seca; la posición de los componentes de identifica por diferentes medios.

1.3.5.6 Cámara para el desarrollo

Existen varios tipos de cámara: Normal, doble compartimiento, sándwich, horizontal, varios KS, U o detección o visualización.

Dependiendo del tipo de cámara la dirección del flujo puede ser, flujo ascendente, descendente y flujo transversal.

1.3.5.7 Identificación de la especie

Si la especie no es coloreada se requiere de métodos que permitan visualizar los componentes presentes. Este procedimiento se conoce también como revelado.

Los métodos son:

- Químicos (por inmersión). Se obtienen derivados coloreados o fluorescentes.
- Físicos (ópticos) se utiliza radiación UV

Dos métodos comunes, que pueden aplicarse a la mayoría de las mezclas orgánicas, consisten en rociar con soluciones de yodo o ácido sulfúrico, ambos reaccionan con los compuestos orgánicos para dar productos de reacción de color oscuro.

Después del desarrollo, se examina la placa con luz ultravioleta. En este caso, toda la placa presente fluorescencia, excepto en los sitios donde se localizan los componentes no fluorescentes de la muestra.

1.4 Índice de refracción

El Índice de refracción, de una sustancia o un medio transparente, es la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en la sustancia o el medio transparente.

Este número, mayor que la unidad y sin unidades, es una constante característica de cada medio y representa el número de veces que es mayor la velocidad de la luz en el vacío que en ese medio.

El índice de refracción se mide con un aparato llamado refractómetro en el que se compara el ángulo de incidencia con el ángulo de refracción de la luz de una longitud de onda específica.

Como el índice de refracción es sensible a los cambios de temperatura y varía con la longitud de onda de la luz, deben especificarse ambas variables al expresar el índice de refracción de una sustancia.

1.5 Lixiviación

La lixiviación es la disolución preferente de uno o más componentes de una mezcla sólida por contacto con un disolvente líquido. Esta operación unitaria, una de las más antiguas en la industria química, ha recibido muchos nombres, según la técnica más o menos compleja utilizada para llevarla a cabo. La colada se refería originalmente a la percolación del líquido a través de un lecho fijo del sólido, pero en la actualidad se utiliza para describir la operación en forma general, sin importar la forma en que se realice. El término extracción también se emplea por lo común para describir esta operación particular, aunque también se aplica a todas las operaciones de separación, que utilicen métodos de transferencia de masa o mecánicos. La decocción se refiere específicamente al uso del disolvente a su temperatura de ebullición.

Por ejemplo, el azúcar se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente; los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas, como las de soya y de algodón mediante la lixiviación con disolventes orgánicos; el tanino se disuelve a partir de diferentes cortezas arbóreas mediante lixiviación con agua; en forma similar, muchos productos farmacéuticos se recuperan a partir de raíces y hojas de plantas.

1.5.1 Preparación del sólido

El éxito de una lixiviación y la técnica que se va a utilizar dependen con mucha frecuencia de cualquier tratamiento anterior que se le pueda dar al sólido.

En algunos casos, las pequeñas partículas del material soluble están completamente rodeadas de una matriz de materia insoluble.

Entonces, el disolvente se debe difundir en la masa y la solución resultante se debe difundir hacia el exterior antes de poder lograr una separación. Esto es lo que sucede con muchos materiales metalúrgicos. La trituración y molienda de estos sólidos acelerará bastante la acción de lixiviación, porque las porciones solubles son entonces más accesibles al disolvente.

Los cuerpos vegetales y animales tienen una estructura celular, los productos naturales que se van a lixiviar a partir de estos materiales se encuentran generalmente dentro de las células. Si las paredes celulares permanecen intactas después de la exposición a un disolvente adecuado, entonces en la acción de lixiviación interviene la ósmosis del soluto a través de las paredes celulares. Éste puede ser un proceso lento. Sin embargo, moler el material lo suficientemente pequeño como para liberar el contenido de las células es poco práctico y algunas veces indeseable.

En el caso de muchos productos farmacéuticos, recuperados a partir de raíces, tallos y hojas vegetales, el material vegetal con frecuencia se seca antes del tratamiento; esto favorece la ruptura de las paredes celulares y la liberación del soluto mediante la acción directa del disolvente. Las semillas vegetales y los cereales, tal como la soya, se aplanan o se hacen hojuelas para obtener partículas de 0.15 a 0.5 mm. Por supuesto, las células tienen un tamaño menor, pero se rompen bastante debido al proceso de formación de hojuelas; entonces los aceites se ponen más fácilmente en contacto con el disolvente.

1.5.2 Operación en estado estacionario

El equipo para las operaciones en estado estacionario continuo puede clasificarse en dos grandes categorías principales: operado por etapas o en contacto continuo.

1.5.2.1 Tanques con agitación

Los sólidos finamente molidos que son fáciles de suspender el líquido por medio de la agitación, pueden lixiviarse continuamente en cualquiera de los muchos tipos de tanques con agitación. Éstos pueden utilizarse para el flujo continuo del líquido y del sólido en y fuera del tanque y deben diseñarse con cuidado para que no haya acumulación del sólido.

Debido al mezclado completo que se obtiene de ordinario, estos aparatos funcionan en una sola etapa; además, el líquido y el sólido tienden a alcanzar el equilibrio en el tanque.

Pueden utilizarse los tanques agitados mecánicamente, para los cuales es probable, que el agitador de tipo de turbina sea generalmente el más adecuado.

1.5.2.2 Diseño de tanques con agitación para contacto líquido sólido.

Los tanques poseen profundidades de líquido de 0.75 a 1.5 diámetros del tanque. Se utilizan cuatro amparas de pared, generalmente de un doceavo de diámetro de ancho, para eliminar vórtices en los tanques abiertos y producir el movimiento vertical del líquido que se necesita para levantar las

partículas sólidas. Con frecuencia se arreglan dejando un claro, que puede ser de la mitad del espesor de las mamparas, entre la mampara y la pared del tanque para prevenir la acumulación de sólidos detrás de las mamparas.

1.5.2.2.1 Suspensión de sólidos

A menos que los sólidos estén suspendidos en el líquido las rapideces de transferencia de masa se modifican seriamente. La potencia requerida del agitador P_{\min} para suspender partículas de tamaño y densidad uniforme hasta una altura arriba del plano medio del impulsor superior, está dada por

$$\frac{Pg_c}{gn\rho_m v_m V_{tS}} = \phi_{Sm}^{2/3} \left(\frac{T}{d_i} \right)^{1/2} \exp\left(4.35 \frac{Z'}{T} - 0.1\right)$$

Ecuación 1 Referencia 9 (Ec. 11.22)

En donde ρ_m , Φ_{Sm} , v_m son las propiedades de la suspensión debajo de la altura Z' , n es el número de impulsores sobre el eje. V_{tS} debe ser la velocidad terminal de asentamiento de esferas simples calculada mediante

$$V_{tS} = \frac{gd_p^2 \Delta\rho}{18\mu_L}$$

Ecuación 2 Referencia 9 (Ec. 11.23)

Para números de Reynolds Re del impulsor menores de 25000 se debe multiplicar la potencia por $4000 Re^{-0.8}$.

El número de Reynolds del impulsor es $d_i^2 N \rho_m / \mu_m$. La densidad y viscosidad de la solución se obtienen por medio de:

$$P_m = \phi_{Sm} \rho_p + (1 - \phi_{Sm}) \rho_L$$

$$\mu_m = \frac{\mu_L}{(1 - \phi_{Sm} / \phi_{SS})^{1.8}}$$

Ecuación 3 y 4 Referencia 9 (Ec. 11.24 y 11.25)

ϕ_{SS} es la fracción volumen de sólidos en el lecho de sólidos después de la sedimentación final en un líquido tranquilo. Si no hay datos medidos, ésta puede calcularse aproximadamente como 0.6. Los resultados son malos con respecto a números de Reynolds del impulsor menores de 1000.

1.5.2.2.2 Cálculo de la potencia requerida para extracción a nivel laboratorio.

Se desea extraer el colorante natural de la corteza de árbol de quebracho. La relación líquido sólido es 10 ml de solvente/1 gr de materia prima. Se realizarán lotes de 600 ml siendo el solvente etanol al 70% (v/v). El diámetro del tanque es de 0.15 m, y la distancia del impulsor hasta el fondo del tanque es cero. La temperatura a la que se llevará a cabo la extracción es de 95° C. Calcular la potencia necesaria y el tiempo mínimo de contacto.

Solución:

A partir de la definición de número de Potencia,

$$g_p = \rho g_m d_i^5 N^3$$

Ecuación 5 Referencia 9 (Figura 6.5)

Si las partículas se desean levantar a una altura $Z' = 0.10$ m arriba del impulsor, el volumen de la suspensión se obtiene por medio de:

$$v_m = \frac{\pi T^2 (Z' + C)}{4}$$

Ecuación 6 Referencia 9 (Página 664)

$$T = 0.15 \text{ m}$$

$$Z' = 0.10 \text{ m}$$

$C = 0$, Sustituyendo ecuación 6

$$v_m = \pi * (0.1)^2 * (0.10) / 4$$

$$v_m = 7.853981E-4 \text{ m}^3$$

- Cantidad de compuesto libre de adsorbato se determina por medio de la relación líquido / sólido de 10/1

$$S_s = \frac{1 \text{ kg}}{10 \text{ l etanol}} * 0.6 \text{ l etanol} = 0.06 \text{ kg}$$

- Volumen del sólido

$$V_{\text{sólido}} = 0.06 \text{ kg} * \frac{1 \text{ m}^3}{980 \text{ kg}}$$

$$\text{Volumen sólido} = 6.12244898E - 5 \text{ m}^3$$

- Fracción de volumen de sólidos en la suspensión debajo de Z'

Esto se determina por medio de la relación del volumen del sólido y de la suspensión:

$$\phi_{sm} = \frac{\text{Volumen sólido}}{\text{volumen suspensión}}$$

$$\phi_{sm} = \frac{6.12244898E - 5}{7.85E - 4} = 0.07799298$$

- Densidad de la suspensión debajo de Z'

La densidad de la suspensión se calcula por medio de la ecuación 3

$$\rho_m = 0.034646873 * 980 + (1 - 0.034646873)(889.9)$$

$$\rho_m = 893.0216833 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

- Velocidad terminal de sedimentación

La velocidad terminal de sedimentación de determina por medio de ecuación 2

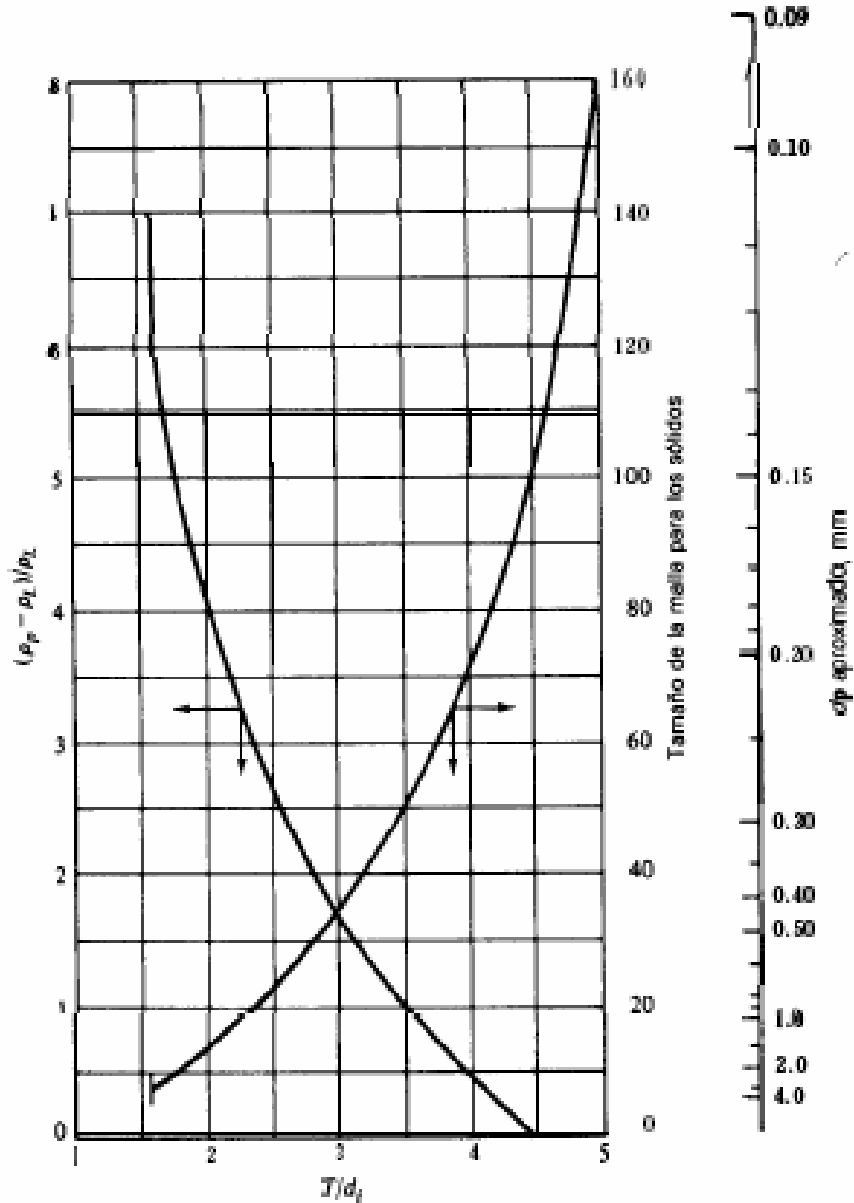
La viscosidad del etanol a 95° C es de 0.66 cP

$$V_{ts} = \frac{9.8 * (4.2E - 4)^2 * (980 - 889.9)}{18 * 6.82688E - 4} = 0.01311 \frac{\text{m}}{\text{s}}$$

- Determinación de la relación diámetro tanque / diámetro del impulsor

Dicha relación se determina en gráfica 1

Figura 6 Gráfica de la relación diámetro tanque/diámetro del impulsor.



Fuente: Robert Treybal, Operaciones de Transferencia de masa.

$$\frac{\rho_p - \rho_l}{\rho_l} = \frac{980 - 889}{889} = 0.102362204$$

Este valor se encuentra en eje Y de la gráfica, intersecándola con la curva dando una relación T/di de 4.4

El tamaño de la partícula es de 0.42 mm este valor se busca en el eje Y de la gráfica, intersecándola con la curva dando una relación T/di de 3.

El valor del diámetro (T) es 0.15 m.

$$d_{i1} = 0.03409$$

$$d_{i2} = 0.05$$

$$d_{ipromedio} = \frac{0.03409 + 0.05}{2} = 0.042$$

Sustituyendo valores en ecuación 1

$$\frac{P * 1}{9.8 * 1 * 893.0216833 * 7.85E - 4 * 0.013} = 0.07799289^{\frac{2}{3}} * \left(\frac{0.15}{0.042} \right)^{\frac{1}{2}} \exp \left(4.35 * \frac{0.1}{0.15} - 0.1 \right)$$

$$P = 0.51 \text{ Watt}$$

- Revoluciones por minuto del agitador

Calculándose por ecuación No. 5. El número de Potencia (Po) se asume de 5, las revoluciones por minuto sería:

$$N = \left(\frac{0.51}{5 * 893.0216833 * (0.042)^5} \right)^{\frac{1}{3}}$$

$$N = 9.56 \text{ rps} = 573.65 \text{ rpm}$$

El valor de las revoluciones por minuto deben dar un número de Reynolds del impulsor mayor a 1000. Si este es menor se debe modificar las suposiciones.

El No. de Reynolds del impulsor se calcula por medio de:

$$\text{Re} = \frac{(d_i^2 * N * \rho_m)}{\mu_m} \text{ Ecuación 5 Referencia 9 (Página 665)}$$

La viscosidad de la solución se calcula por medio de ecuación 4

$$\mu_m = \frac{6.6E - 4}{\left(1 - \frac{0.0346468}{0.6}\right)^{1.8}} = 0.000745822 \frac{\text{kg}}{\text{m s}}$$

La viscosidad del líquido a esa temperatura es de 6.6E-4 kg / (m s)

$$\text{Re} = \frac{(0.042)^2 * 9.56 * 893.02168}{0.0007345822} = 20,501.143$$

Como el número de Reynolds obtenido es menor de 25000 se debe corregir la potencia del impulsor por medio de:

$$P = P_o * 4000 * \text{Re}^{-0.8}$$

$$P = 0.51 * 4000 * 20501.143^{-0.8}$$

$$P = 0.72$$

Las revoluciones por minuto serían:

$$N = 10.725 \text{ rps} = 643.53 \text{ rpm}$$

Tiempo de contacto mínimo (Transferencia de Masa)

Excepto en la disolución de cristales o en la cristalización, en donde la transferencia de masa se limita a la fase líquida, ordinariamente deben considerarse a través del líquido que rodea las partículas como algún efecto de transferencia de masa dentro del sólido.

Según se sabe, una vez que los sólidos están completamente suspendidos, un gasto adicional de potencia del agitador no produce una mejoría medible en las rapidezces de transferencia de masa.

Para partículas pequeñas el coeficiente de transferencia de masa se vuelve más pequeño al aumentar el tamaño de partícula.

El No. de Reynolds de la partícula para calcular el tiempo de contacto se obtiene por medio de:

$$Re_p = d_p^{4/3} \left(\frac{\rho_g v_c}{\mu_L} \right)^{1/3} \frac{\rho_L^{2/3}}{\mu_L}$$

Ecuación 6 Referencia 9 (Ec. 11.28)

Tomando los valores correspondientes y sustituyendo en ecuación 6.

$$Re_p = (4.2E - 4)^{4/3} * \left(\frac{0.72}{6E - 4} \right)^{1/3} * \frac{(889.9)^{2/3}}{6.6E - 4}$$

$$Re_p = 46.85$$

El número de Sherwood de la fase líquida para partículas pequeñas ($d_p < 2\text{mm}$) completamente suspendidas:

$$Sh_L = 2 + 0.47 Re_p^{0.62} \left(\frac{d_i}{T} \right)^{0.17} Sc_L^{0.36}$$

Ecuación 7 Referencia 9 (Ec. 11.29)

La difusividad del compuesto en la fase líquida se obtiene por medio de la ecuación empírica de Wilke y Chang:

$$D_{AB}^o = \frac{(117.3E-18)(\varphi M_B)^{0.5} T}{\mu \nu_A^{0.6}} \quad \text{Ecuación 8 Referencia 9 (Ec. 2-44)}$$

Donde ν es el volumen molal del soluto en el punto de ebullición normal, φ es el factor de asociación para el disolvente, 2.26 para el agua como disolvente, 1.9 para el metanol como disolvente, 1.5 para el etanol como disolvente y 1 para disolventes no asociados como benceno y éter etílico. T es la temperatura en Kelvin, μ es la viscosidad de la solución en kg / m s y M_B es el peso molecular del solvente, kg/mol.

El compuesto que se difunde en el etanol es un *Tanino* que tiene la fórmula molecular $C_{14}H_{14}O_{11}$

Los datos se encuentran en la siguiente tabla:

Tabla I Volúmenes atómicos y moleculares

Volumen atómico m ³ /1000 atomos x 10 ³		Volumen molecular m ³ /kmol X 10 ³		Volumen atómico m ³ /1000 atomos x 10 ³		Volumen molecular m ³ /kmol X 10 ³	
Carbón	14.8	H ₂	14.3	Oxígeno	7.4	NH ₃	25.8
Hidrógeno	3.7	O ₂	25.6	O en ésteres metílicos	9.1	H ₂ O	18.9
Cloro	24.6	N ₂	31.2	O en ésteres superiores	11.0	H ₂ S	32.9
Bromo	27.0	Aire	29.9	O en ácidos	12.0	COS	51.5
Yodo	37.0	CO	30.7	O en ésteres superiores	11.0	Cl ₂	48.4
Azúfre	25.6	CO ₂	34.0	O en ésteres metílicos	9.9	Br ₂	53.2
Nitrógeno	15.6	SO ₂	44.8	Anillos bencénicos:	restar 15	I ₂	71.5
Nitrógeno en amidas primarias	10.5	NO	23.6	Anillos naftalénicos:	restar 30		

Fuente: Robert E. Treybal Operaciones de transferencia de Masa

$$v_a = 14.8E-3 * 14 + 14 * 3.7E-3 + 11 * 7.4E-3$$

$$v_a = 0.3404$$

El peso molecular del etanol es de 46.0694 kg/mol

La difusividad del Tanino en el etanol calculada por ecuación 7 es:

$$D_{AB}^o = \frac{(117.3E-18) * (1.88 * 46.0694)^{0.5} * (368)}{6.6E-4 * (0.3404)^{0.6}}$$

$$D_{AB}^o = 1.16196E-9 \frac{m^2}{s}$$

El número de Schmidt de la fase líquida:

$$Sc_L = \frac{\mu}{\rho_L * D_L} \text{ ecuación 9 Referencia 9 (Página 714)}$$

$$Sc_L = \frac{6.6E-4}{889.9 * 1.16196E-9}$$

$$Sc_L = 638.2772448$$

Para determinar el coeficiente de transferencia de masa en fase líquida se utiliza ecuación No. 10

$$Sh_L = \frac{k_l * d_p}{D_l} \text{ Ecuación 10 Referencia 9 (Página 714)}$$

$$\frac{k_L * 4.2E - 4}{1.6196E - 9} = 2 + 0.47 * (46.85)^{0.62} * \left(\frac{0.042}{0.15}\right)^{0.17} * 638.28^{0.36}$$

$$k_L = 1.698624E - 4$$

En cualquier momento, la concentración del soluto dentro del sólido es X masa soluto/masa sólido libre de soluto; como la resistencia de la fase sólido es despreciable, ésta puede considerarse uniforme en todo el soluto. Entonces para calcular el tiempo de retención se posee la siguiente ecuación:

$$\frac{c_1}{c_0} = \frac{1}{1 + m v_L / S_S} \exp \left[- \left(1 + \frac{m v_L}{S_S} \right) k_L a_{pL} \theta \right] + \frac{m v_L / S_S}{1 + m v_L / S_S}$$

Ecuación 11 Referencia 9 (Ec.11.40)

Donde θ es el tiempo de contacto mínimo

El coeficiente de distribución m está definido como $m=c*M_A/X$.

$$\frac{Masa}{particula} = \frac{\pi}{6} (4.2E - 4)^3 * 980 = 3.8016E - 8 \text{ kg}$$

$$\frac{Superficie}{partícula} = \pi (4.2E - 4)^2 = 5.5417E - 7$$

$$a_{ps} = \frac{5.541769E - 7}{3.8016E - 8} = 14.58 \frac{m^2}{kg}$$

Para calcular el coeficiente de distribución se requieren datos al equilibrio para aplicar la ecuación de Freundlich

$$Y^* = mX^n$$

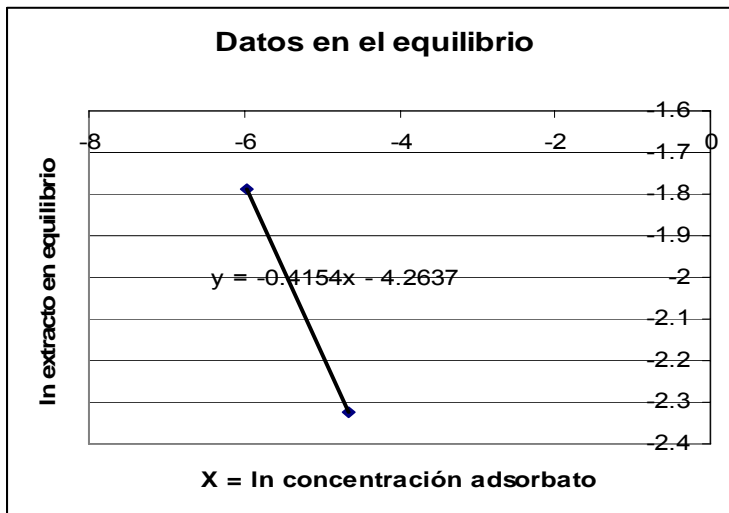
Donde Y^* es la concentración del soluto en el fluido, X es la concentración del adsorbato y n una constante

Tabla II Datos al equilibrio del extracto de Quebracho

extracto obtenido al equilibrio/kg	kg solvente/kg	X = concentración adsorbato, Unidades/solvente
0.191733333	8.899	-----
0.167166667	9.5008	0.00258575
0.097833333	10	0.00939

Fuente: Datos experimentales

Aplicando la ecuación de Freundlich. Graficando en coordenadas logarítmicas, dan una línea recta donde la intersección con el eje Y es el valor de m .



Determinando relación $\frac{S_s}{v_L m}$

$$\frac{1g}{10mL \text{ solvente}} * \frac{1kg}{1000g} * \frac{1000mL}{1L \text{ solvente}} * \frac{1L}{0.001m^3} = 100 \frac{kg}{m^3 \text{ solvente}}$$

$$\frac{S_s}{v_L m} = \frac{100}{0.01407} = 7.107E3$$

Se considera que este valor es tan grande que solo se necesita considerar la transferencia de la fase líquida, entonces la ecuación No. 11 se convierte a:

$$\theta = \frac{\ln[(c_0/c_1) / (1 + mv_L/S_S - mv_L c_0/S_S c_1)]}{(1 + mv_L/S_S)k_L a_{pL}}$$

Ecuación 12 Referencia 9 (Página 669)

$$a_{pL} = (14.58)(100) = 1548 \frac{m^2}{m^3_{\text{líquido}}}$$

Sustituyendo valores en ecuación No. 12

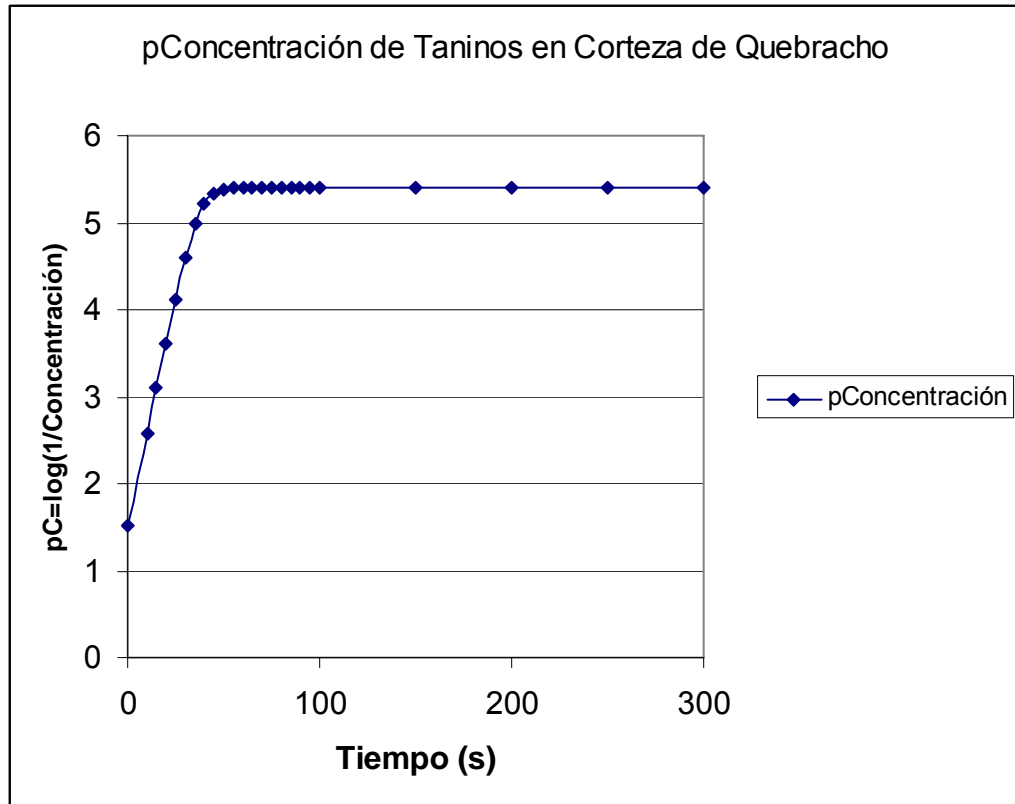
$$\theta = \frac{\ln\left(\frac{\frac{0.03}{x}}{1 + 1.407E-4 - 1.407E-4 * \frac{0.03}{x}}\right)}{(1 + 1.407E-4) * 1.698624713E-4 * 1548}$$

Tabla III Tiempo de contacto y % de Concentración de Taninos en corteza.

Tiempo (s)	Concentración	pC=log(1/Concentración)
0	0.03	1.52287875
10	0.00216641	2.66426016
15	0.0005846	3.23314403
20	0.00015989	3.79618566
25	4.5855E-05	4.33861265
30	1.5238E-05	4.817075
35	7.0173E-06	5.15382847
40	4.8101E-06	5.31784248
45	4.2175E-06	5.37494302
50	4.0584E-06	5.39164486
55	4.0157E-06	5.39624081
60	4.0042E-06	5.39748313
65	4.0011E-06	5.39781729
70	4.0003E-06	5.39790706
75	4.0001E-06	5.39793116
80	4E-06	5.39793763
85	4E-06	5.39793937
90	4E-06	5.39793984
95	4E-06	5.39793996
100	4E-06	5.39794
150	4E-06	5.39794001
200	0.000004	5.39794001

Fuente: Datos Teóricos

Figura 7 Gráfica de pConcentración de taninos en corteza de Quebracho en función del tiempo en segundos.



Fuente: Tabla No. III

El tiempo teórico máximo que debe estar en contacto el solvente con la materia prima de quebracho debe ser 200 segundos, después de ese tiempo la concentración no varía en la madera, por lo tanto no se extrae más taninos. Esto puede visualizarse en gráfica 2 y en tabla III

2. METODOLOGÍA

2.1 Localización

La parte experimental de la investigación se realizó en las siguientes instalaciones:

1. Laboratorio de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.
2. Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería.
3. Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, LIPRONAT, de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la USAC.

2.2 Recursos humanos

Investigador: Br. Edward Mario Guerrero Gutiérrez

Asesora: Inga. Qca. Telma Maricela Cano Morales

2.3 Obtención de las muestras

La corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl.) Benth.) se obtuvo directamente en la aldea Tunucó arriba del municipio de Jocotán, Chiquimula.

Jocotán está a una altura de 457.42 msnm. Latitud 19° 49' 10", longitud 89° 23' 25". Su clima en las partes bajas es subtropical seco, mientras que en el área montañosa es subtropical templado. Limita al norte con los municipios de Zacapa, la Unión y Camotán; al sur con los municipios de Olopa y San Juan Ermita y al este con los municipios de Esquipulas y San Juan Ermita.

La corteza se recolectó en época de verano del 2007. Se colectó toda la corteza del árbol en general y se colocó en recipientes apropiados, para luego ser llevados hacia el secador eléctrico de flujo transversal con bandejas, controlándose la humedad relativa y temperatura en el proceso de secado. La corteza seca se molió en un molino de martillos y se sometió al proceso de extracción de colorantes naturales, maceración con reflujo a nivel laboratorio.

2.4 Diseño de tratamientos

Para la evaluación estadística se utilizó un diseño completamente al azar con un arreglo combinatorio, en el cual se aplicó un experimento factorial sobre la especie de estudio evaluando 1 corteza y utilizando la técnica de maceración dinámica a reflujo constante 3 tipos de extractores (agua, etanol al 35% v/v y etanol al 70% v/v). Se realizaron 3 extracciones sucesivas para una muestra obtenida de un tamiz que pase por tamiz número 50 y se retenga en un tamiz número 60, con 5 repeticiones para cada solvente, resultando 15 unidades experimentales, y un total de 45 series.

El tamaño del tratamiento de maceración dinámica a reflujo constante en función de la relación corteza seca/solvente de 1:10 (w/v), con tiempo de extracción de 2 horas y a temperatura de ebullición.

Obtenidos los extractos se procedió a realizarles los análisis fisicoquímicos correspondientes y cromatografía en capa fina.

2.4.1 Análisis Estadístico

Para cada componente químico a determinar se utilizó un análisis de varianza por medio de un diseño unifactorial en un solo sentido completamente aleatorio con la distribución de Fisher, esto debido a que se tratan más de dos niveles. Se tienen tres tratamientos o niveles, en este caso los solventes, y cinco repeticiones, cada una con tres extracciones sucesivas. El arreglo matricial es de 45 series para cada componente a determinar. Los datos se arreglarán como sigue:

Tabla IV. Variables para el diseño unifactorial

Tratamientos Solvente	No. de Observaciones y Repeticiones para cada observación										Total	Promedio
Agua	Y _{1,1}	Y _{1,1,1}	Y _{1,2}	Y _{1,2,1}	Y _{1,3}	Y _{1,3,1}	Y _{1,4}	Y _{1,4,1}	Y _{1,5}	Y _{1,5,1}	Y ₁	y ₁
		Y _{1,1,2}		Y _{1,2,2}		Y _{1,3,2}		Y _{1,4,2}		Y _{1,5,2}		
		Y _{1,1,3}		Y _{1,2,3}		Y _{1,3,3}		Y _{1,4,3}		Y _{1,5,3}		
Etanol 35% (v/v)	Y _{2,1}	Y _{2,1,1}	Y _{2,2}	Y _{2,2,1}	Y _{2,3}	Y _{2,3,1}	Y _{2,4}	Y _{2,4,1}	Y _{2,5}	Y _{2,5,1}	Y ₂	y ₂
		Y _{2,1,2}		Y _{2,2,2}		Y _{2,3,2}		Y _{2,4,2}		Y _{2,5,2}		
		Y _{2,1,3}		Y _{2,2,3}		Y _{2,3,3}		Y _{2,4,3}		Y _{2,5,3}		
Etanol 70% (v/v)	Y _{3,1}	Y _{3,1,1}	Y _{3,2}	Y _{3,2,1}	Y _{3,3}	Y _{3,3,1}	Y _{3,4}	Y _{3,4,1}	Y _{3,5}	Y _{3,5,1}	Y ₃	y ₃
		Y _{3,1,2}		Y _{3,2,2}		Y _{3,3,2}		Y _{3,4,2}		Y _{3,5,2}		
		Y _{3,1,3}		Y _{3,2,3}		Y _{3,3,3}		Y _{3,4,3}		Y _{3,5,3}		
											Y _i	y

Fuente: Referencia 12.

Donde:

Y_a = es el total de las observaciones bajo el i -ésimo tratamiento

y = es el promedio de las observaciones bajo el i -ésimo tratamiento

Y_1 = es la suma de todas las observaciones

Como el interés es probar la igualdad de los efectos del tratamiento, siendo

$$H_0: \tau_1 = \tau_2 = \dots = \tau_a = 0$$

$$H_1: \tau_i \neq 0 \text{ al menos una } i$$

Las operaciones para el análisis de varianza se resumen en la siguiente tabla, así como las fórmulas para el cálculo de suma de cuadrados.

Los tratamientos serán 3, adoptando la variable a ; las repeticiones adoptando la variable N .

Tabla V. Análisis de varianza para el diseño unifactorial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	F_o
Tratamientos	$\sum_{i=1}^a \frac{y_i^2}{N} - \frac{y^2}{aN}$	$a - 1$	$\frac{(SS_{tratamientos})}{(a - 1)}$	$\frac{(MS_{tratamientos})}{(MS_E)}$
Error	SS_E (por sustracción)	$N - a$	$\frac{(SS_E)}{(N - a)}$	
Total	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^N y_{ij}^2 - \frac{y^2}{aN}$	$N - 1$		

Fuente: Ref. 12

La hipótesis nula de ningún efecto de tratamiento se prueba mediante la razón de Fisher, que se define como:

$$F = \frac{MS_{tratamientos}}{MS_E} \quad (\text{Ecuación 13})$$

Donde $MS_{tratamientos}$ es la media cuadrática de los tratamientos y MSE es la media cuadrática del error; y que para un nivel de confianza $\alpha = 0.05$ y con 2 grados de libertad para tratamientos y 43 para el error se tiene un valor de F de 3.203, el cual será comparado con los valores de F_o menores a F comprueba la hipótesis nula y el rechazo de la hipótesis alternativa.

2.4.2 Generación de Datos

Los datos y resultados obtenidos experimentalmente de la cantidad de extracto colorante y rendimiento, se ordenaron en tablas las cuales llevaron el siguiente formato:

Título

Solvente	No. Muestra	Peso Muestra	Repeticiones	Peso extracto colorante	Rendimiento
Agua (1)	1.1 a 1.5		1.1.1		
			1.2.1		
			1.3.1		
Etanol 35% (v/v) (2)	2.1 a 2.5		2.1.1		
			2.1.2		
			2.1.3		
Etanol 70% (v/v) (3)	3.1 a 3.5		3.1.1		
			3.1.2		
			3.1.3		

Fuente

El rendimiento del extracto colorante está en función de la cantidad de extracto y materia prima utilizada. Está definido por la siguiente ecuación

$$\% \text{ Rendimiento} = \frac{\text{peso extracto}}{\text{peso materia prima}} * 100 \text{ Ecuación No. 14}$$

El rendimiento se determina para cada una de las extracciones sucesivas, en este caso para tres.

Para la caracterización del extracto colorante se utilizaron tablas para el ordenamiento de los resultados para cada uno de los extractos, con el siguiente formato:

Título

Solvente	Ácido Clorogénico	Rutina	Hiperóxido	Quercitina
Agua	+/-	+/-	+/-	+/-
Etanol al 35%	+/-	+/-	+/-	+/-
Etanol al 70%	+/-	+/-	+/-	+/-

Fuente

Se determina como positivo la presencia de dicho compuesto en el extracto colorante y negativo como su ausencia.

Título

Solvente Prueba	Agua	Etanol 35%	Etanol 70%	Tipo de Compuesto
Gelatina gel 1%	+/-	+/-	+/-	
Gelatina Sal	+/-	+/-	+/-	
Cloruro Férrico	+/-	+/-	+/-	

Fuente:

Se determina como positivo la presencia de dicho compuesto en el extracto colorante y negativo como su ausencia.

2.5 Metodología experimental

2.5.1 Materiales y equipo a utilizar en la experimentación

2.5.1.1 Materia prima

Corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl.) Benth) molida a 250 micrones

2.5.1.2 Cristalería

- Balones
- Matracas de cuello corto con esmeril 24/40
- Condensadores con esmeril 24/40
- Varillas de agitación
- Probetas graduadas
- Agitadores
- Beacker
- Kitasato
- Embudo Buchner

2.5.1.3 Equipo

- Plancha de calentamiento
 - Marca: CORNING
 - Modelo: PC-620
 - Voltaje: 120 V
 - Frecuencia: 60 Hz.
 - Potencia: 1113 W.

Hecha en Estados Unidos

Figura 8 Plancha de calentamiento



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería

- Bomba de vacío
 - Marca: Gast
 - Modelo: O523-VAFG588DX
 - Voltaje: 100 -115 V
 - Frecuencia: 50 Hz.
 - Potencia: ¼ Hp.
 - Revoluciones: 1725/1425 rpm
 Hecha en Michigan, USA

Figura 9 Bomba de vacío



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería

- Balanza
 - Marca: Adventurer
 - Serie: G1231202040133
 - Voltaje: 8 -14.5 V
 - Frecuencia: 50/60 Hz.
 - Máxima Capacidad: 150 g.
 - Lectura Mínima: 0.001 g
 Hecha en USA

Figura 10 Balanza



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería

- Refrigeradora
 - Marca: Daewoo
 - Modelo: FR-147RV
 - Voltaje: 115 - 120 V
 - Frecuencia: 60 Hz.
 - Amperaje 1.1 A
 - Refrigerante: R-134^a
 Hecha en Korea

- Rotavapor
 - Marca: Büchi
 - Modelo: R-200
 - No. Fabricación:
414191030002
 - Voltaje: 120 V
 - Frecuencia: 50/60 Hz.
 - Potencia: 120 WHecho en Flawil, Suiza.

Figura 11 Rotavapor



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería

- Placas cromatográficas
 - Marca: Merck
 - Modelo: Kieselgel 60 F254
 - Dimensiones: 20 x 20 cm
 - Espesor: 0.2 mm

2.5.1.4 Reactivos

Etanol 95% Grado Industrial marca Merck

Agua desmineralizada marca Salvavidas

2.5.2 Método de extracción del tinte natural a nivel laboratorio

1. La corteza del quebracho (ya tamizada) se coloca en un matraz de cuello corto con esmeril 24/40 de 1000 mL de capacidad; la relación de corteza seca y el solvente es de 1:10 (w/v). Se utilizarán 60 g de materia prima tamizada.
2. Se utilizará el método de lixiviación dinámica a reflujo. Se coloca el condensador en el cuello del matraz, se arma todo el equipo, colocándolo en una plancha de calentamiento durante 2 horas a ebullición. Ver figura 12.
3. Terminado el tiempo de extracción, se procede a filtrar, utilizando el filtrado al vacío.
4. Toda la materia prima del filtrado, se vuelve a recuperar, colocándola de nuevo al matraz, siendo la relación de corteza y solvente la misma que en el inciso 1. Repetir incisos dos y tres.
5. Realizar incisos 1-4 hasta obtener tres extracciones sucesivas de una misma muestra.
6. La mezcla de extracto y solvente se seca por evaporación, el extracto obtenido se guarda en frascos color ámbar para su caracterización y uso en el proceso de teñido de fibras.

7. Para determinar la calidad del extracto obtenido se procede de la siguiente manera: el extracto se concentra a presión reducida en un rotavapor, a temperatura no mayor de 45°C y girando a una velocidad constante. El tiempo de extracción de solvente es continuo, hasta que la muestra no tenga presencia de solvente. El residuo obtenido contiene extracto de colorante, que es almacenado en refrigeración, en frascos color ámbar. Ver figura 11

8. Después de obtener los extractos se le realizan pruebas físicas y químicas, por medio de técnicas de identificación de flavonoides, cromatografía en capa fina.

Figura 12 Equipo de lixiviación con reflujo.



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería

2.5.3 Método de extracción del tinte natural a nivel laboratorio a diferentes tiempos de lixiviación.

1. La corteza del quebracho (ya tamizada) se coloca en un matraz de cuello corto con esmeril 24/40 de 1000 mL de capacidad; la relación de corteza seca y el solvente es de 1:10 (w/v). Se utilizarán 60 g de materia prima tamizada.
2. El solvente se calienta en otro recipiente, cuando éste alcance el punto de ebullición se introduce al matraz de cuello que contiene la materia prima.
3. Se utilizará el método de lixiviación dinámica a reflujo. Se coloca el condensador en el cuello del matraz, se arma todo el equipo, colocándolo en una plancha de calentamiento variando el tiempo en intervalos de 15, 60, 120 minutos a ebullición. Ver figura 12.
4. Terminado el tiempo de extracción, se procede a filtrar, utilizando el filtrado al vacío.
5. Toda la materia prima del filtrado, se vuelve a recuperar, colocándola de nuevo al matraz, siendo la relación de corteza y solvente la misma que en el inciso 1. Repetir incisos dos, tres y cuatro.
6. Realizar incisos 1-5 hasta obtener un peso de 0.01 gr de extracto, utilizando extracciones sucesivas de una misma muestra.
7. Secar la muestra a una temperatura no mayor de 70 °C hasta evaporación total del solvente.

2.5.4 Métodos para la caracterización de los tintes naturales, Determinación de las propiedades fisicoquímicas de los extractos colorantes

2.5.4.1 Determinación de densidad

La densidad del extracto de la corteza de quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl.) Benth) se obtuvo medio de un picnómetro de 10 mL a una temperatura de 20°C.

2.5.4.2 Determinación del índice de refracción

Se utilizó refractómetro Abbe. Se limpió el lente con Xilol y se vertió una gota del extracto tintóreo en el prisma, tomando nota de la lectura del equipo.

2.5.5 Identificación de flavonoides

Para identificar flavonoides se utilizaron pruebas colorimétricas, cromatografía en capa fina y espectro de absorción.

2.5.5.1 Reacciones coloridas:

- a. Reacción con H_2SO_4 conc. : al extracto obtenido del rotaevaporador se le agrega una gota de ácido. Se observa si hay cambio de color: las flavonas y flavonoles dan coloraciones fuertemente amarillas, las flavanonas, anaranjadas o guindas; las chalconas y auronas, rojo guinda o rojo azulado.

- b. Reacción de Shinoda: al extracto obtenido del rotaevaporador, se le coloca un trozo pequeño de magnesio y unas pocas gotas de HCl concentrado, el desarrollo inmediato de coloración es indicativo de la presencia de flavonas y flavonoles (amarillo a rojo), flavanonoles (rojo a magenta) flavanonas (rojo, magenta, violeta, azul), isoflavonas (amarillo), isoflavononas, chalconas y auronas no dan coloración.

2.5.6 Análisis cromatográfico en capa fina

La caracterización del extracto se hizo por medio de un análisis cromatográfico, utilizando cromatografía de capa fina. Ésta se divide en varias etapas, como lo son la preparación de la muestra, de las soluciones estándar, la fase móvil, la placa cromatográfica y preparación de soluciones reveladoras.

2.5.6.1 Preparación de la muestra

Se coloca, en un tubo de ensayo, 100 mg de extracto en 1 mL de metanol. La solución se somete a fuerte agitación en un vortex. Se filtran las soluciones y el filtrado se coloca en un tubo de ensayo con tapón.

2.5.6.2 Preparación de las soluciones estándar

Se colocan, en un beacker, 5 mg del estándar a utilizar y se mezclan con 10 mL de metanol, se agita para homogenizar la solución.

Estas soluciones deben ser guardadas en recipientes cerrados y debidamente identificados.

2.5.6.3 Preparación de la fase móvil

Mezclar 50 mL de acetato de etilo, 5.5 mL de ácido fórmico, 5.5 mL de ácido acético glacial y 13.5 mL de agua (la mezcla debe estar siempre tapada para evitar evaporación). La mezcla se agita durante 5 minutos con un agitador magnético, luego se traslada la mezcla a la cámara cromatográfica la cual debe permanecer tapada.

2.5.6.4 Preparación de la placa cromatográfica

Para la placa cromatográfica, se corta una placa de 10 cm x 18 cm de un cromatofolio de aluminio de sílice gel 60F254 y se realiza lo siguiente:

1. Trazar con lápiz, una línea horizontal un centímetro arriba de la parte inferior de la placa.
2. Marcar a lo largo de la línea horizontal 17 puntos, dejando 1 cm de separación entre cada uno.
3. Inyectar con ayuda de un capilar 5 μ L de cada solución preparada (muestra + metanol), en cada punto. Hacer lo mismo con las soluciones estándar. Debe tenerse cuidado de que la mancha sea lo más pequeña posible.

2.5.6.5 Desarrollo de la placa cromatográfica

Se introduce la placa dentro de la cámara cromatográfica que contiene la fase móvil. Dejar que las líneas que aparecen y lleguen a una

distancia de 2 cm. abajo del borde superior de la placa. Se retira la placa y se coloca en la campana de extracción, para que seque la fase móvil, si es necesario rociar la placa con solución reveladora, luego se observa la placa con una lámpara ultravioleta.

2.5.6.6 Preparación de las soluciones reveladoras

Se le aplica a la placa un revelador, esto hace que se observen de mejor manera los colores que se forman en la placa al introducirla a una cámara de luz ultravioleta, el revelador se prepara con:

- Difenilboriloexietilamina en 1% de metanol: se pesa 0.2 g de difenilboriloexietilamina y se mezcla con 20 mL de metanol.
- Polietilenglicol 4000 en 5% de etanol: se pesa 1 g de polietilenglicol y se mezcla con 20 mL de etanol.

Luego de preparar las soluciones se debe rociar la placa con cierta cantidad de cada solución reveladora.

Se observa con luz ultravioleta los puntos que coinciden con los puntos de las soluciones estándar, identificando de esta manera la presencia de colorantes del tipo flavonoides

3. RESULTADOS

Tabla VI Rendimiento promedio porcentual del proceso de lixiviación para cada solvente utilizado.

Extracción sucesiva	Solvente		
	Etanol 70% (v/v) (%)	Etanol 35%(v/v) (%)	Agua destilada (%)
1	19.17	17.24	8.28
2	6.16	6.67	6.78
3	1.84	1.99	3.90
Total	27.17	25.9	18.96

Fuente: Datos Calculados

Tabla VII Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 15 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C.

<i>Agua a ebullición + materia prima</i>					
<i>tiempo 15 min/extracción</i>					
<i>Tiempo total de extracción 90 minutos</i>					
<i>Extracción</i>	<i>pH solvente</i>	<i>pH inicial</i>	<i>pH final</i>	<i>ΔpH</i>	<i>rendimiento</i>
1	6	4.85	4.63	-0.22	8.964
2	6	5.29	5.15	-0.14	3.98401066
3	6	5.55	5.41	-0.14	1.282478348
4	6	5.80	5.65	-0.15	0.776149234
5	6	5.9	5.69	-0.21	0.679546969
Total					15.68618521

Fuente: Datos Calculados

Tabla VIII Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 60 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C.

Agua a ebullición + materia prima					
tiempo 60 min/extracción					
Tiempo total de extracción 360 minutos					
extracción	pH solvente	pH Inicial	pH final	ΔpH	rendimiento
1	6	4.38	4.33	-0.05	8.90
2	6	5	4.28	-0.72	4.210666578
3	6	5.07	4.3	-0.77	1.449082248
4	6	5.3	4.4	-0.9	0.769512642
5	6	5.45	4.5	-0.95	0.519670875
Total					15.84893234

Fuente: Datos Calculados

Tabla IX Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 120 minutos de contacto solvente/materia prima utilizada agua destilada. Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 95°C

Agua a ebullición + materia prima					
tiempo 120 min/extracción					
Tiempo total de extracción 720 minutos					
Extracción	pH solvente	pH Inicial	pH final	ΔpH	rendimiento
1	6	4.62	4.33	-0.29	8.573702009
2	6	4.64	4.26	-0.38	4.555400835
3	6	4.85	4.3	-0.55	1.664677409
4	6	4.9	4.44	-0.46	0.755918043
5	6	5.2	4.36	-0.84	0.464160202
Total					16.0138585

Fuente: Datos Calculados

Tabla X Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 15 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 80°C.

<i>Etanol 50% (v/v) + materia prima</i>					
<i>tiempo 15 min/extracción</i>					
<i>Tiempo total de extracción 60 minutos</i>					
<i>Extracción</i>	<i>pH solvente</i>	<i>pH Inicial</i>	<i>pH final</i>	<i>ΔpH</i>	<i>rendimiento</i>
1	6.42	5.2	4.89	-0.31	15.57186618
2	6.42	5.4	5.1	-0.3	4.876187048
3	6.42	5.82	5.4	-0.42	1.494288505
4	6.42	6	5.58	-0.42	0.4199874
Total					22.36232913

Fuente: Datos Calculados

Tabla XI Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 60 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 80°C

<i>Etanol 50% (v/v) + materia prima</i>					
<i>tiempo 60 min/extracción</i>					
<i>Tiempo total de extracción 60 minutos</i>					
<i>Extracción</i>	<i>pH solvente</i>	<i>pH inicial</i>	<i>pH final</i>	<i>ΔpH</i>	<i>rendimiento</i>
1	6.42	5.22	5.12	-0.1	15.40947312
2	6.42	5.82	5.17	-0.65	5.273816192
3	6.42	5.8	5.38	-0.42	1.332374377
4	6.42	6	5.59	-0.41	0.417609879
Total					22.43327357

Fuente: Datos Calculados

Tabla XII Rendimiento porcentual del proceso de lixiviación a 120 minutos de contacto solvente/materia prima utilizando etanol 50% (v/v). Utilizando una relación sólido/líquido de 1:10 a una temperatura de 80°C

<i>Etanol 50% (v/v) + materia prima</i>					
<i>tiempo 120 min/extracción</i>					
<i>Tiempo total de extracción 60 minutos</i>					
<i>Extracción</i>	<i>pH solvente</i>	<i>pH inicial</i>	<i>pH final</i>	<i>ΔpH</i>	<i>rendimiento</i>
1	6.42	5.19	4.91	-0.28	15.32419119
2	6.42	5.38	4.95	-0.43	5.501491146
3	6.42	5.57	5.22	-0.35	1.554386899
4	6.42	5.8	5.47	-0.33	0.366129676
Total					22.74619891

Fuente: Datos Calculados

Tabla XIII Índice de refracción de los extractos colorantes en función del solvente y el número de extracciones sucesivas. Realizado a 20°C y presión atmosférica

Extracción sucesiva	Índice de Refracción		
	Etanol 70% (v/v)	Etanol 35%(v/v)	Agua destilada
1	1.365	1.350	1.334
2	1.365	1.3505	1.334
3	1.365	1.350	1.334

Fuente: Datos Calculados

Tabla XIV Densidades promedio de los extractos colorantes en función del solvente utilizado, realizado a 20°C y presión atmosférica

Solvente	Densidad (g/mL)
Etanol 70% (v/v)	0.921
Etanol 35% (v/v)	1.002240
Agua	1.043714

Fuente: Datos Calculados

Tabla XV Reacción colorida de Shinoda para la identificación de Flavonoides en el extracto colorante.

Solvente	Flavonoide Identificado
Agua	Ninguno
Etanol al 35% (v/v)	Ninguno
Etanol al 70% (v/v)	Ninguno

Fuente: Análisis Experimental

Tabla XVI Reacción colorida con Ácido Sulfúrico para la identificación de Flavonoides en los extractos colorantes.

Solvente	Flavonoide identificado
Agua	Ninguno
Etanol al 35% (v/v)	Ninguno
Etanol al 70% (v/v)	Ninguno

Fuente: Análisis Experimental

Tabla XVII Análisis cromatográfico en capa fina para la determinación de la presencia de Quercitina, rutina, Ácido Clorogénico e Hipersóxido en extractos colorantes de Quebracho.

Solvente	Ácido Clorogénico	Rutina	Hipersóxido	Quercitina
Agua	-	-	-	-
Etanol al 35%	-	-	-	-
Etanol al 70%	-	-	-	-

Fuente: Análisis Experimental

Tabla XVIII Pruebas de identificación de taninos para extractos colorantes del Quebracho

Solvente	Agua	Etanol al 35%	Etanol al 70%	Tipo de tanino
Prueba				
Gelatina gel 1%	+	+	+	Catecol
Gelatina Sal	+	+	+	Catecol
Cloruro Férrico	+ Negro-grisáceo	+ Negro-grisáceo	+ Negro-grisáceo	Catecol

Fuente: Análisis Experimental

Tabla XIX Pruebas de Antocianinas para extractos colorantes del Quebracho

Solvente	Antocianinas
Agua	-
Etanol al 35% (v/v)	-
Etanol al 70% (v/v)	-

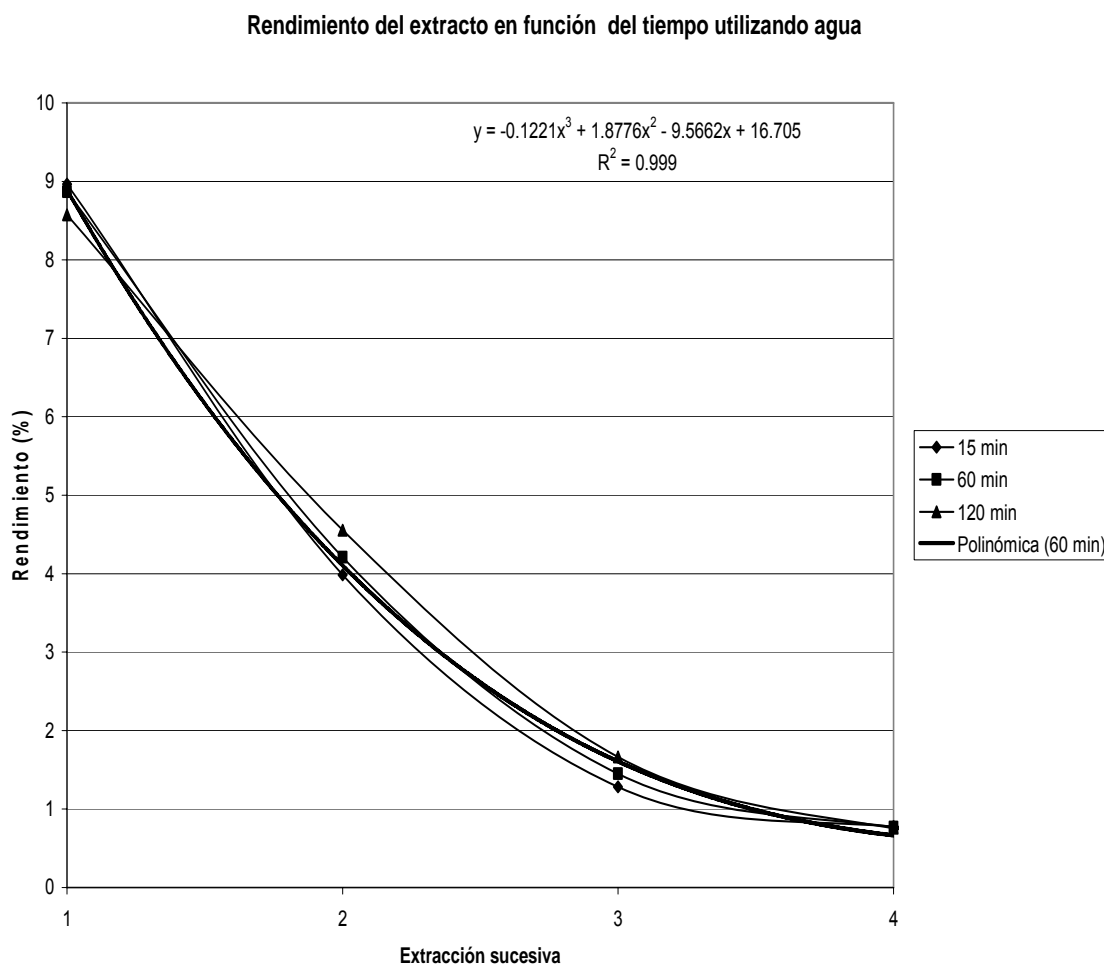
Fuente: Análisis Experimental

Tabla XX Porcentaje promedio de Taninos en extracto colorante, utilizando diferentes solventes.

Solvente	Porcentaje de taninos en extracto (%)
Etanol 70% (v/v)	9.492633
Etanol 35% (v/v)	6.94639
Agua	4.6563

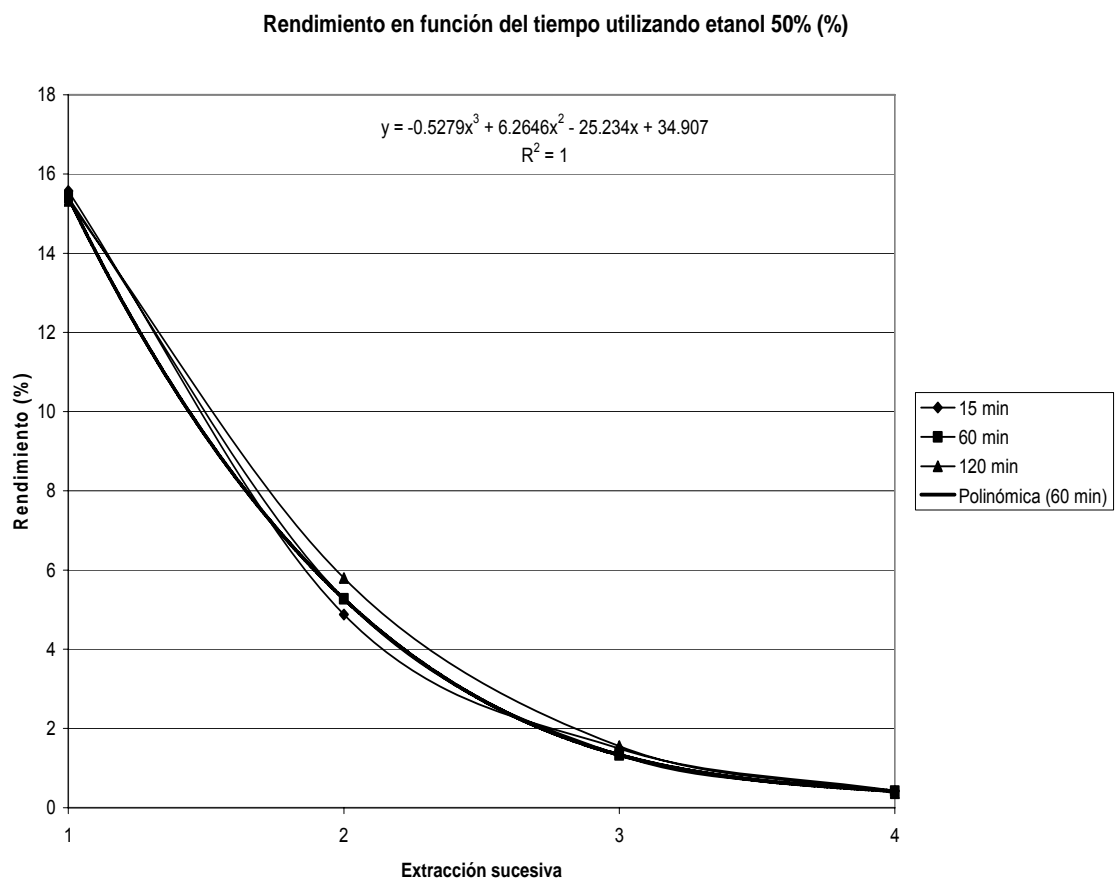
Fuente: Datos Calculados.

Figura 13 Gráfica del Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10



Fuente: Datos calculados

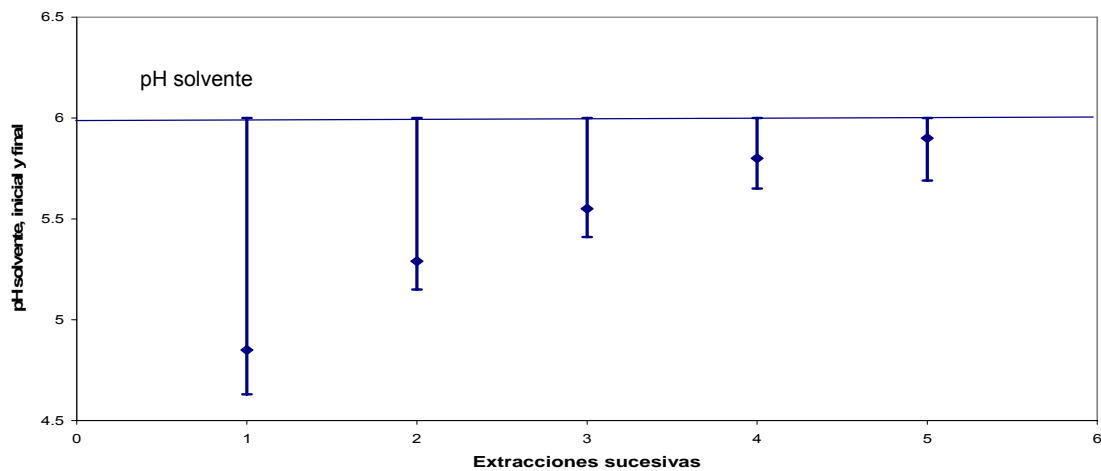
Figura 14 Gráfica del rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente. Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10



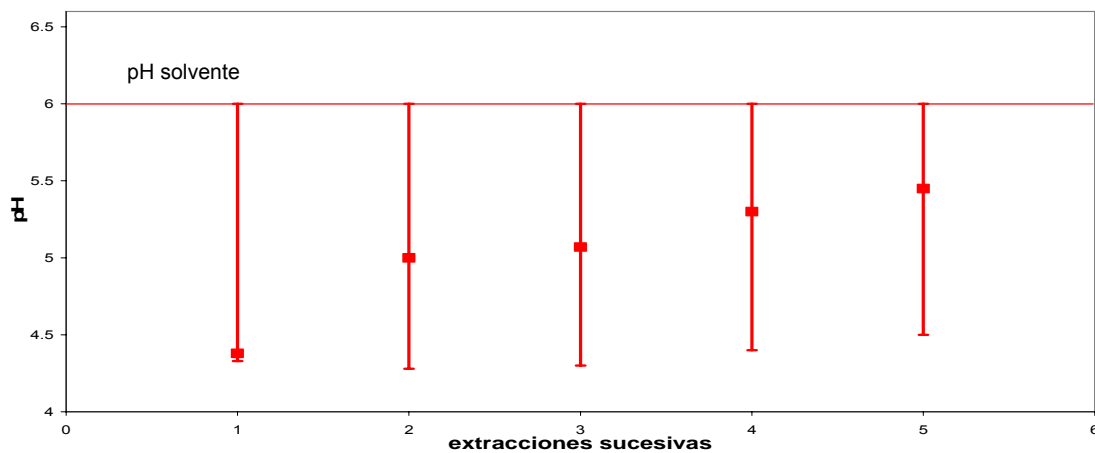
Fuente: Datos calculados

Figura 15 Gráfica del pH de la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10

Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando agua como solvente a 95°C y relación sólido/solvente 1/10 para 15 minutos de contacto sólido/líquido

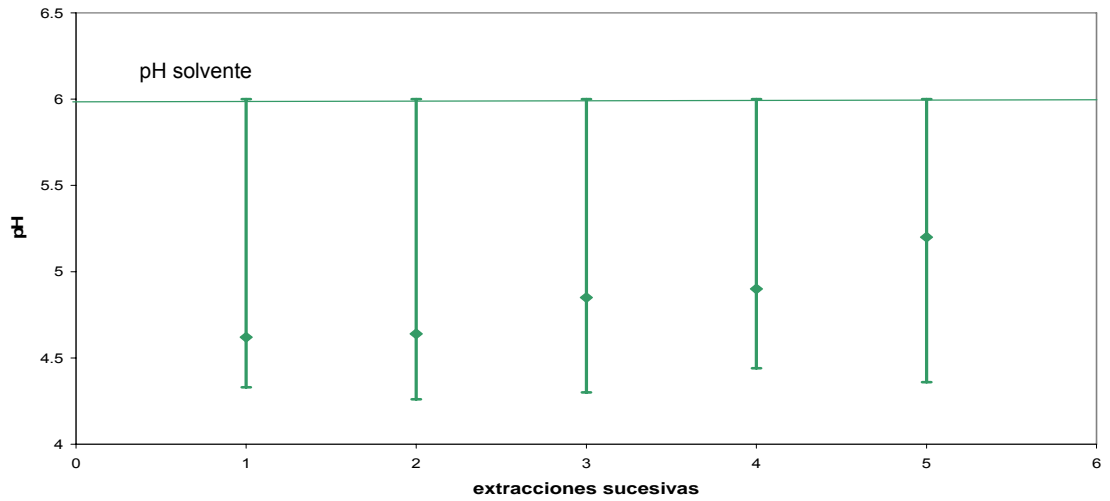


Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando agua como solvente a 95°C y relación sólido/solvente 1/10 para 60 minutos de contacto sólido/líquido



Fuente: Datos calculados

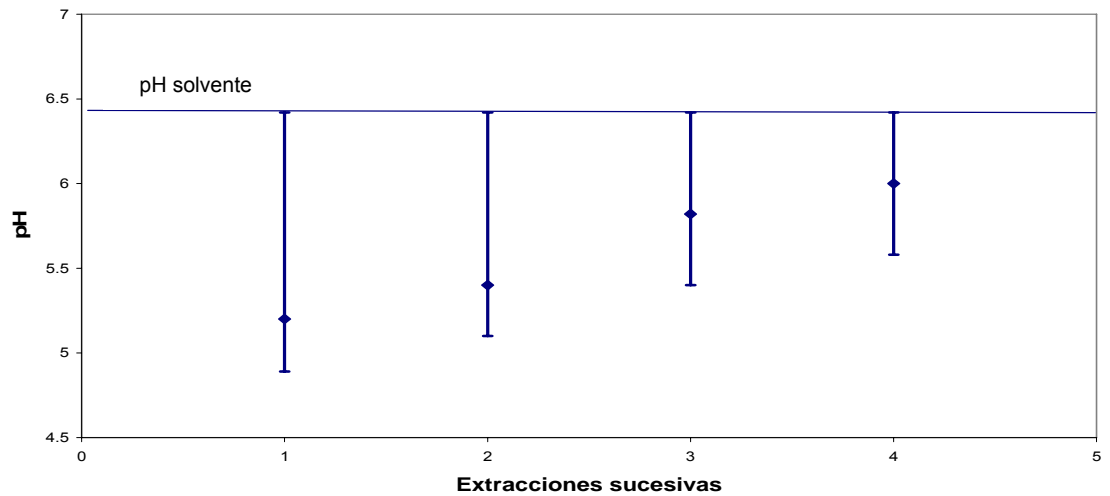
Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando agua como solvente a 95°C y relación sólido/solvente 1/10 para 120 minutos de contacto sólido/líquido



Fuente: Datos calculados

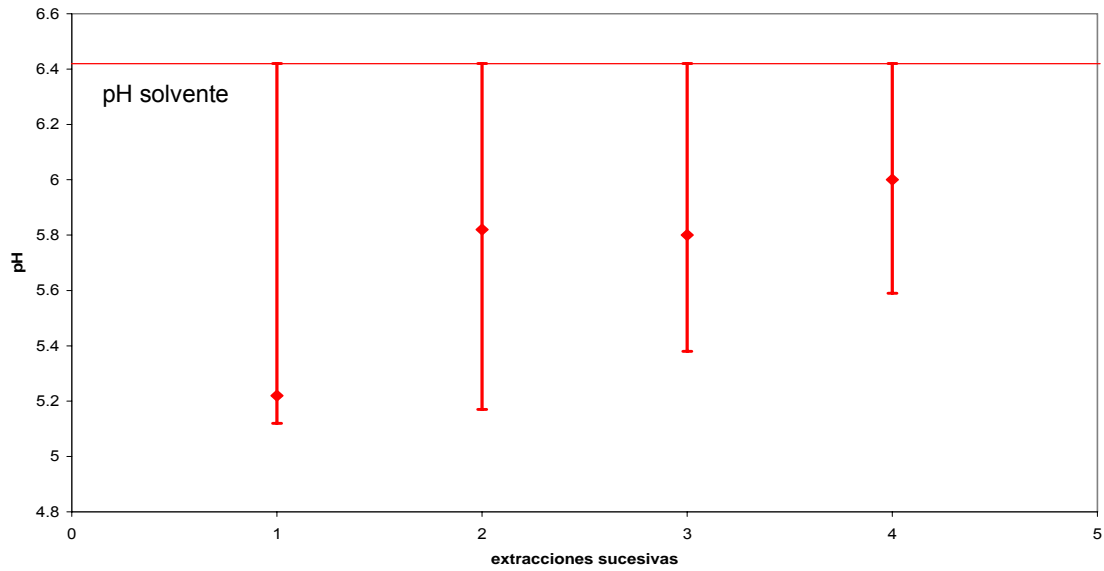
Figura 16 Gráfica del pH de la extracción de metabolitos colorantes en función del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% como solvente. Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10

Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando etanol 50% (v/v) como solvente a 80°C y relación sólido/solvente 1/10 para 15 minutos de contacto sólido/líquido

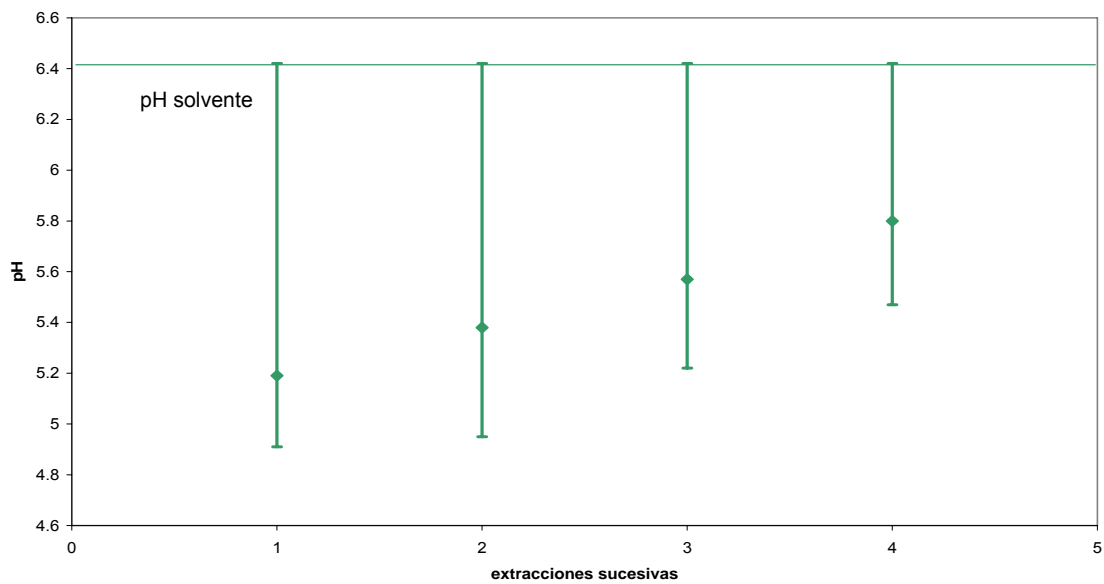


Fuente: Datos calculados

Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando etanol 50% (v/v) como solvente a 80°C y relación sólido/solvente 1/10 para 60 minutos de contacto sólido/líquido



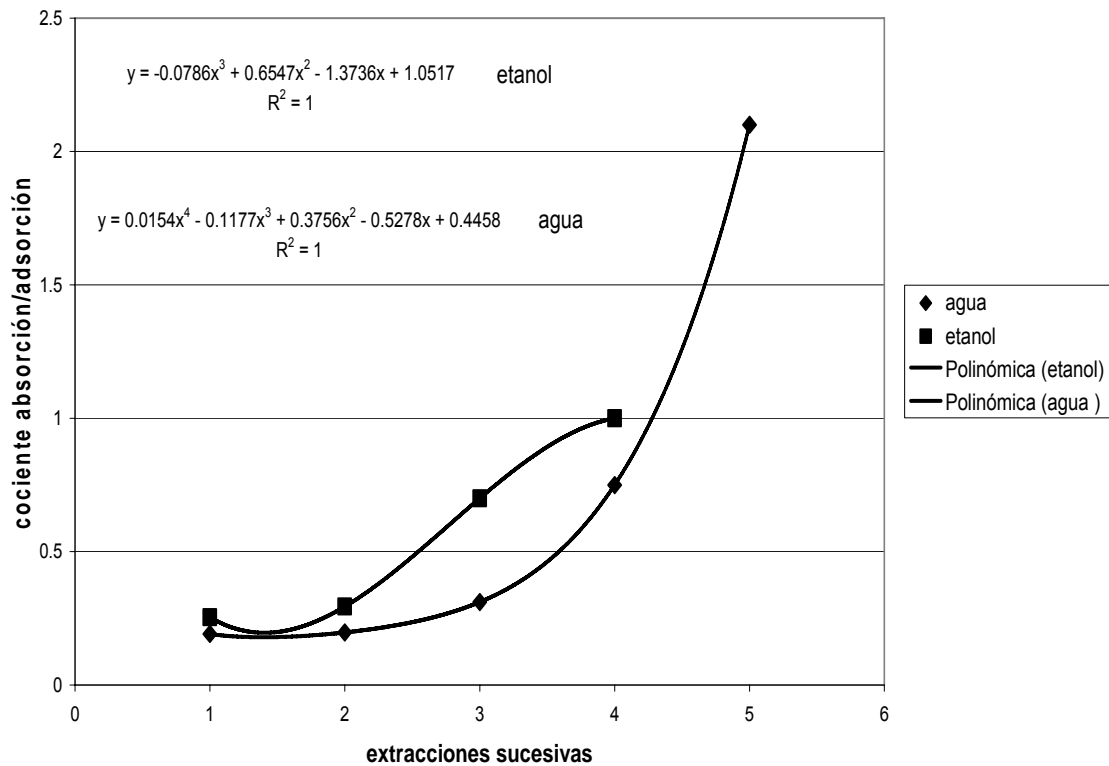
Gráfica de pH de la extracción de metabolitos en función de extracciones sucesivas utilizando etanol 50% (v/v) como solvente a 80°C y relación sólido/solvente 1/10 para 120 minutos de contacto sólido/líquido



Fuente: Datos calculados

Figura 17 Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 15 minutos.

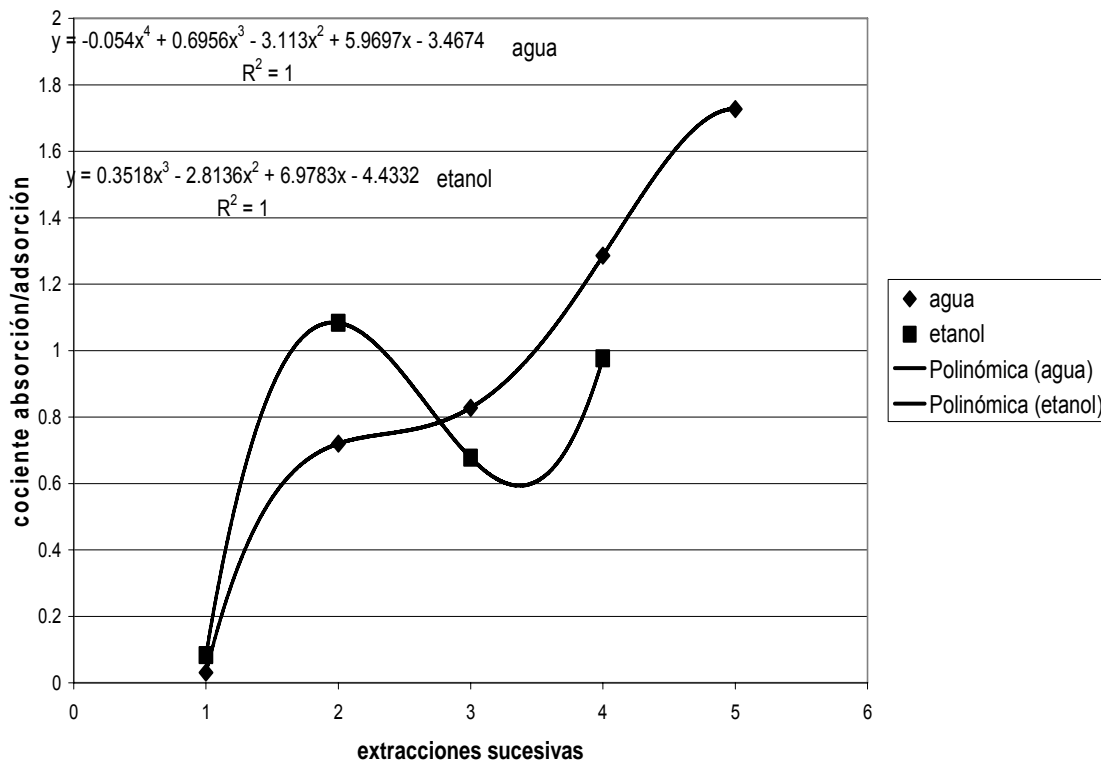
Gráfica de relación absorción/adsorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de los extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10. Tiempo 15 minutos



Fuente: Datos Calculados

Figura 18 Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 60 minutos

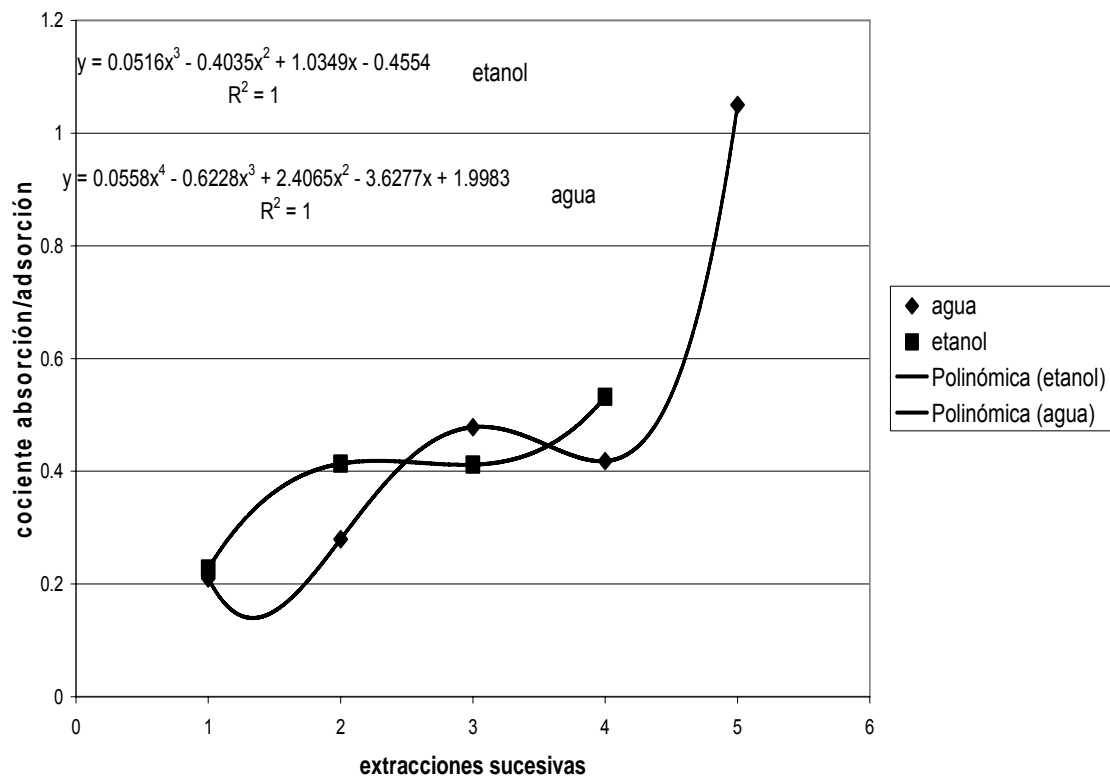
Gráfica de relación absorción/adsorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de los extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10. Tiempo 60 minutos



Fuente: Datos Calculados

Figura 19 Gráfica de Relación de Adsorción/Absorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de las extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10 y un tiempo de 120 minutos

Gráfica de relación absorción/adsorción en la extracción de metabolitos colorantes en función de los extracciones sucesivas utilizando agua y etanol como solvente. Utilizando una relación sólido/solvente de 1:10. Tiempo 120 minutos



Fuente: Datos Calculados

4. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En la presente investigación se realizó un proceso de transferencia de masa sólido/líquido y caracterización de los extractos colorantes obtenidos de la corteza del quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth), a nivel laboratorio para determinar si hay o no diferencia entre los rendimientos obtenidos en función del solvente utilizado, determinando las propiedades fisicoquímicas, así como realizar una caracterización fitoquímica de dichos extractos. La corteza de quebracho fue obtenida en un bosque ubicado en Jocotán, Chiquimula; Jocotán está a una altura de 457.42 msnm, Latitud 19° 49' 10", longitud 89° 23' 25". Su clima en las partes bajas es subtropical seco, mientras que en el área montañosa es subtropical templado. Limita al norte con los municipios de Zacapa, la Unión y Camotán; al sur con los municipios de Olopa y San Juan Ermita y al este con los municipios de Esquipulas y San Juan Ermita.

Además del proceso de transferencia de masa, se determinó el tiempo de contacto teórico y experimental que debe tener el solvente y la materia prima, para obtener el extracto colorante de la corteza del Quebracho (*Lysiloma auritum* (Schltdl) Benth), a nivel laboratorio.

Para la transferencia de masa se utilizó el proceso de lixiviación con extracciones sucesivas, utilizando para ello diferentes solventes, con el fin de determinar cuál de ellos puede dar mayores rendimientos de extracto colorante. Se utilizó etanol al 70% (v/v), etanol 35% (v/v) y agua destilada. El proceso está en función de la relación corteza seca/solvente, es de 1:10 (w/v), con tiempo de extracción, que fue de 2 horas, el tamaño de partícula utilizado fue de partículas que pasaran por el número 50 y retenidos en el número 60, así como

la temperatura del sistema, que en este caso cada solución se llevó a ebullición. Se trabajó a una presión atmosférica local.

El modelo experimental que se obtuvo fue de 45 repeticiones, debido a que cada solvente poseía 5 repeticiones con 3 extracciones sucesivas cada una.

Para determinar el tiempo de contacto mínimo, se utilizó la lixiviación con extracciones sucesivas, pero lo que se varió fueron los intervalos de tiempo de la lixiviación, que fueron de 15, 60 y 120 minutos. Las extracciones sucesivas se realizaron hasta que el peso del extracto obtenido fuera de 0.01 gramos. En este caso el modelo experimental fue de 29 repeticiones, utilizando como solventes agua destilada y etanol 50% (v/v). El tamaño de partícula no varió en ninguno de los dos casos anteriores.

Los resultados obtenidos en la Tabla VI muestran que el solvente que obtuvo más extracto colorante al final de las tres extracciones fue el etanol al 70% (v/v) y el menor fue el agua, 27.17% y 18.96% respectivamente. Esto se debe a que en un proceso de transferencia de masa el solvente utilizado efectiviza el proceso.

Al variar el solvente se varía la difusividad del compuesto en el líquido, debido a que cambia la viscosidad, el peso molecular del líquido y el factor de asociación del disolvente, (ver ecuación 8). La difusividad define la cantidad de extracto que pasa de la fase sólida, en este caso la corteza, a la fase líquida, por eso su importancia en el proceso. Existen otros factores como la afinidad química entre los compuestos que afectan la extracción, el etanol, debido a su estructura molecular, posee mayor afinidad con los compuestos que se encuentran en la corteza del quebracho, que el agua.

En la primera extracción el mejor solvente es el etanol al 70% (v/v), en la segunda extracción no existe diferencias significativas entre cada solvente, y la tercera extracción el mejor solvente es el agua, debido a su mayor rendimiento.

En la gráfica 3 se puede observar el rendimiento del extracto en función del tiempo, utilizando el método de extracciones sucesivas utilizando agua como solvente. Esta gráfica muestra las curvas de extracción del colorante en la corteza del quebracho. Las tablas VII, VIII y IX muestran los rendimientos para cada extracción sucesiva. La gráfica generada de estas tablas muestra que la diferencia entre cada tiempo es mínima, la desviación de cada dato no es significativa.

De igual manera en la gráfica 4 se puede observar el rendimiento del extracto en función del tiempo, utilizando el método de extracciones sucesivas utilizando etanol 50% (v/v) como solvente. Esta gráfica muestra las curvas de extracción del colorante en la corteza del quebracho. Las tablas X, XI y XII muestran los rendimientos para cada extracción sucesiva. La gráfica generada de estas tablas muestra que la diferencia entre cada tiempo es mínima, la desviación de cada dato no es significativa.

La diferencia radica en el coeficiente de transferencia de masa que varía con el solvente y la temperatura, debido a que el proceso con agua se llevó a cabo a 95 °C y la de etanol 50% (v/v) a 80 °C. Varía debido al solvente por las propiedades fisicoquímicas de cada uno, como lo es la viscosidad y la densidad. Esto lo podemos observar con el número de Schmidt que es dependiente de estas propiedades y a su vez el número de Sherwood está en función del número de Schmidt. (Ver ecuación 7). Estos números se utilizan para relacionar diferentes variables entre sí, característica principal que son

adimensionales. Se utilizaron estos números debido a que relacionan variables directas del proceso como lo es el coeficiente de transferencia de masa (número de Sherwood) y la difusividad del compuesto en la fase líquida (número de Schmidt)

En la tabla XIII encontramos los valores obtenidos del índice de refracción, existen efectos significativos según el solvente utilizado y su interacción. Se observan valores de índice de refracción mayores en los extractos colorantes al utilizar como solvente etanol que agua. En las extracciones sucesivas la variación es nula, por lo que para cada solvente cada muestra y su extracción sucesiva no hay diferencias entre los valores obtenidos.

Para los valores de densidad obtenidos, solo hay efecto significativo del solvente utilizado. Esto se observa en los valores de la tabla XIV.

La prueba colorimétrica con ácido sulfúrico no presentó cambios en el color original del extracto. La prueba Shinoda tampoco presentó cambios con el color original del extracto.

En el análisis cromatográfico de capa fina se utilizaron estándares de Quercitina, rutina, ácido clorogénico e hiperóxido. En el extracto colorante del quebracho en todos los solventes, su presencia, es negativa, esto lo podemos observar en la tabla XV. Se procedió a determinar antocianinas, al realizar el análisis, para todas las solventes la prueba indicó la ausencia de dicho grupo. La característica esencial de todos los compuestos anteriores es que emiten fluorescencia en presencia de una lámpara ultra violeta, en este caso ninguno de los extractos presentó esa característica al realizar la cromatografía.

Debido a la negatividad de la prueba se procedió a determinar taninos, utilizando para ello gelatina gel 1%, gelatina sal y cloruro férrico. En las tres pruebas anteriores para los tres solventes la prueba fue positiva. La prueba de cloruro férrico es una prueba colorimétrica que determina grupos fenólicos dentro de la estructura molecular del compuesto. La prueba dio un color negro grisáceo, característico del tipo de tanino denominado Catecol. La prueba de gelatina sal y gelatina gel, es una prueba precipitométrica, la función de estos compuestos es acomplejar el tanino y hacerlo precipitar.

Se cuantificó la cantidad de taninos en extracto colorante, los datos los podemos observar en la tabla XX, en donde la mayor cantidad de taninos se obtiene con el solvente etanólico al 70% (v/v) y la menor con el agua. Existiendo, estadísticamente, diferencia significativa entre cada uno de ellos.

La característica principal de los taninos es que al difundirse a los solventes utilizados crean una solución ácida. Utilizando extracciones sucesivas la capacidad de los taninos en equilibrio, contenidos muestra, hacen que de nuevo se acidifique pero en menor cantidad que la extracción anterior. Esto lo podemos identificar en las gráficas de monitoreo realizado a la lixiviación, cada vez el pH de la solución se acercaba pH del solvente con cada extracción que se ejecutaba. El cambio drástico de pH en la solución al contacto inmediato entre solvente y materia prima se debe a que las moléculas del solvente se adsorben a la partícula y se genera un cambio brusco de concentración dando lugar a la transferencia de masa del sólido al líquido. El pH final de la solución se obtiene por un proceso de absorción, en el cual las moléculas de solvente penetran en la partícula extrayendo todo compuesto contenido en la muestra. Esto se muestra en las figuras 15 y 16.

CONCLUSIONES

1. El proceso de lixiviación utilizando agua, etanol 35% (v/v) y etanol 70% (v/v) presenta diferencias significativas respecto al porcentaje obtenido de extracto colorante contenido en el quebracho. El porcentaje mayor total fue de 27.17% utilizando etanol 70% (v/v) y el menor total fue 18.96% utilizando agua destilada.
2. Las extracciones sucesivas realizadas presentan diferencias significativas respecto al porcentaje obtenido de extracto colorante. El comportamiento en los tres solventes utilizados presentó el mismo patrón; el porcentaje mayor de extracto colorante siempre se obtuvo con la primera extracción y la menor fue para la tercera extracción.
3. El extracto colorante obtenido en la primera extracción sucesiva presenta diferencias significativas respecto al solvente utilizado. El mayor porcentaje de extracto colorante para esta lixiviación fue de 19.17% utilizando etanol 70% (v/v) y la menor fue de 8.28% empleando agua destilada.
4. El extracto colorante obtenido en la segunda extracción sucesiva no presenta diferencias significativas respecto al solvente utilizado.
5. El extracto colorante obtenido en la tercera extracción presenta diferencias significativas respecto al solvente utilizado. El mayor porcentaje de extracto colorante para esta lixiviación fue de 3.9% utilizando agua destilada y la menor fue de 1.84% empleando etanol 70% (v/v)

6. El porcentaje de extracto colorante del quebracho no varía significativamente con el tiempo empleado de 15, 60 y 120 minutos, utilizando agua como solvente.
7. El porcentaje de extracto colorante del quebracho no varía significativa con el tiempo empleado de 15, 60 y 120 minutos, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente.
8. El tiempo de contacto entre el solvente y el sólido debe de ser de 15 minutos.
9. La densidad de los extractos varía significativamente respecto al solvente utilizado, la densidad utilizando agua es de 1.04371 g/mL, etanol 35%(v/v) es de 1.0022 g/mL y la de etanol 70% (v/v) es de 0.9208 g/mL.
10. El índice de refracción en las tres extracciones sucesivas realizadas no presentan diferencias significativas. Pero si presentan diferencias significativas respecto al solvente utilizado.
11. El extracto colorante contenido en el quebracho no contiene hiperóxido, rutina, ácido clorogénico, quercitina ni antocianinas. Uno de los compuestos contenidos en el extracto colorante es un tanino del tipo catecol.
12. Existen diferencias significativas entre la cantidad de taninos en extracto colorante, respecto al solvente utilizado. El mayor porcentaje fue de

9.49% utilizando etanol 70% (v/v) y el menor fue de 4.65% utilizando agua destilada.

13. El rendimiento del extracto está en función de las extracciones sucesivas, siendo la función de $y = -0.5279x^3 + 6.2646x^2 - 25.234x + 34.907$, con una correlación $r^2=1$. Realizado a una temperatura de 80°C , una relación de sólido/solvente de 1:10 y etanol al 50% (v/v).

14. El rendimiento del extracto está en función de las extracciones sucesivas, siendo la función de $y = -0.1221x^3 + 1.8776x^2 - 9.5662x + 16.705$, con una correlación $r^2=0.999$. Realizado a una temperatura de 95°C , una relación de sólido/solvente de 1:10 y agua destilada como solvente.

15. El descenso inicial de pH en el proceso de lixiviación refleja la cantidad de material superficial extractable existente en la muestra (adsorción). El descenso final refleja la cantidad de material extractable contenido dentro de la partícula (absorción).

16. La relación entre absorción/adsorción está relacionada exponencialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función de $y = 0.0154x^4 - 0.1177x^3 + 0.3756x^2 - 0.5278x + 0.4458$ con una correlación de $R^2 = 1$. Realizado a una temperatura de 95°C , una relación de sólido/solvente de 1:10, agua destilada como solvente y un tiempo de 15 minutos.

17. La relación entre absorción/adsorción está relacionada polinomialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función de $y = -0.054x^4 + 0.6956x^3 - 3.113x^2 + 5.9697x - 3.4674$ con una correlación de $R^2 = 1$.

Realizado a una temperatura de 95°C, una relación de sólido/solvente de 1:10, agua destilada como solvente y un tiempo de 60 minutos.

18. La relación entre absorción/adsorción está relacionada polinomialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función $y = 0.0558x^4 - 0.6228x^3 + 2.4065x^2 - 3.6277x + 1.9983$ con una correlación de $R^2 = 1$. Realizado a una temperatura de 95°C, una relación de sólido/solvente de 1:10, agua destilada como solvente y un tiempo de 120 minutos.

19. La relación entre absorción/adsorción está relacionada exponencialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función de $y = -0.0786x^3 + 0.6547x^2 - 1.3736x + 1.0517$ con una correlación de $R^2 = 1$. Realizado a una temperatura de 80°C, una relación de sólido/solvente de 1:10, etanol 50% (v/v) como solvente y un tiempo de 15 minutos.

20. La relación entre absorción/adsorción está relacionada polinomialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función $y = 0.0516x^3 - 0.4035x^2 + 1.0349x - 0.4554$ con una correlación de $R^2 = 1$. Realizado a una temperatura de 80°C, una relación de sólido/solvente de 1:10, etanol 50% (v/v) como solvente y un tiempo de 60 minutos.

21. La relación entre absorción/adsorción está relacionada polinomialmente con las extracciones sucesivas, siendo la función $y = 0.0516x^3 - 0.4035x^2 + 1.0349x - 0.4554$ con una correlación de $R^2 = 1$. Realizado a una temperatura de 80°C, una relación de sólido/solvente de 1:10, etanol 50% (v/v) como solvente y un tiempo de 120 minutos.

RECOMENDACIONES

1. Para obtener la mayor cantidad del extracto colorante de la corteza del quebracho, utilizar etanol 70% (v/v) y realizar como máximo tres extracciones sucesivas de la misma materia prima.
2. Reducir el tiempo de extracción, utilizando agua y etanol 50% (v/v), a un tiempo mínimo de 15 minutos, debido a que el método anterior proponía que el tiempo de extracción fuese de dos horas mínimo.
3. Dar efectividad al proceso de transferencia de masa, determinando la relación óptima de solvente y materia prima que se debe utilizar para extraer el colorante de la corteza del árbol del quebracho.
4. Optimizar el proceso de transferencia de masa, utilizando diferentes solventes en este caso, solventes apolares, para observar la tendencia de los rendimientos, si éstos aumentan o disminuyen.
5. Realizar el proceso de transferencia de masa a una presión supercrítica y comparar los resultados obtenidos a presión atmosférica.
6. Realizar el proceso de transferencia de masa utilizando un proceso experimental estático, determinando teórica y experimentalmente todos los parámetros que influyen en este proceso.

7. Utilizar el extracto colorante obtenido de la corteza del quebracho como colorante natural y fomentar su uso controlado con bosques artificiales en la región de Jocotán Chiquimula.
8. Realizar un estudio para llevar la experimentación a nivel laboratorio a nivel planta piloto para proponerlo como una opción industrial natural y económica en Guatemala.
9. Utilizar los diagramas del apéndice A como referencia para realizar cualquier proceso de lixiviación. Tomando en cuenta todas las variables que en éste se encuentra.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Cáceres, Armando. **Plantas de uso medicinal en Guatemala.** (Colección Monografías, Volumen 1). Guatemala: Editorial Universitaria. 1996. Pp. 18-23, 27.
2. Cervantes, Lugo. **Tecnología alimentaria, la paleta de la naturaleza.** Centro de Investigación y asistencia en Tecnología y diseño. http://www.enfasis.com/bo/fotos/Pdf_24.pdf
3. Elgueta, Karla. **Utilización de colorantes sintéticos y naturales en teñido de tejidos.**
http://www.recnat.ulagos.cl/archivos/fotos_profes/elgueta/labquimicaorg%E1nica/UTILIZACI%D3N%20DE%20COLORANTES%20SINT%99TICOS%20Y%20NATURALES.doc.
4. Kirk, Raymond y Donald Othmer. **Enciclopedia de tecnología química.** (Volumen 1). México: Editorial Hispanoamericana. 1962. 625 pp.
5. Guevara Mario. **“Chiquimula, La perla de Oriente”.** www.chiquimulaonline.com/mapa_chiquimula.jpg. Copyright ©2003 - 2005, ChiquimulaOnline.com.
6. Lock O. Citado por Cecilia Valencia, **Colorantes naturales.** (Perú: 1997).
7. OFI/CATIE, **Árboles de Centro América.**
http://herbaria.plants.ox.ac.uk/adc/downloads/capitulos_especies_y_anexos/lysioma_auritum.pdf (22/82007).

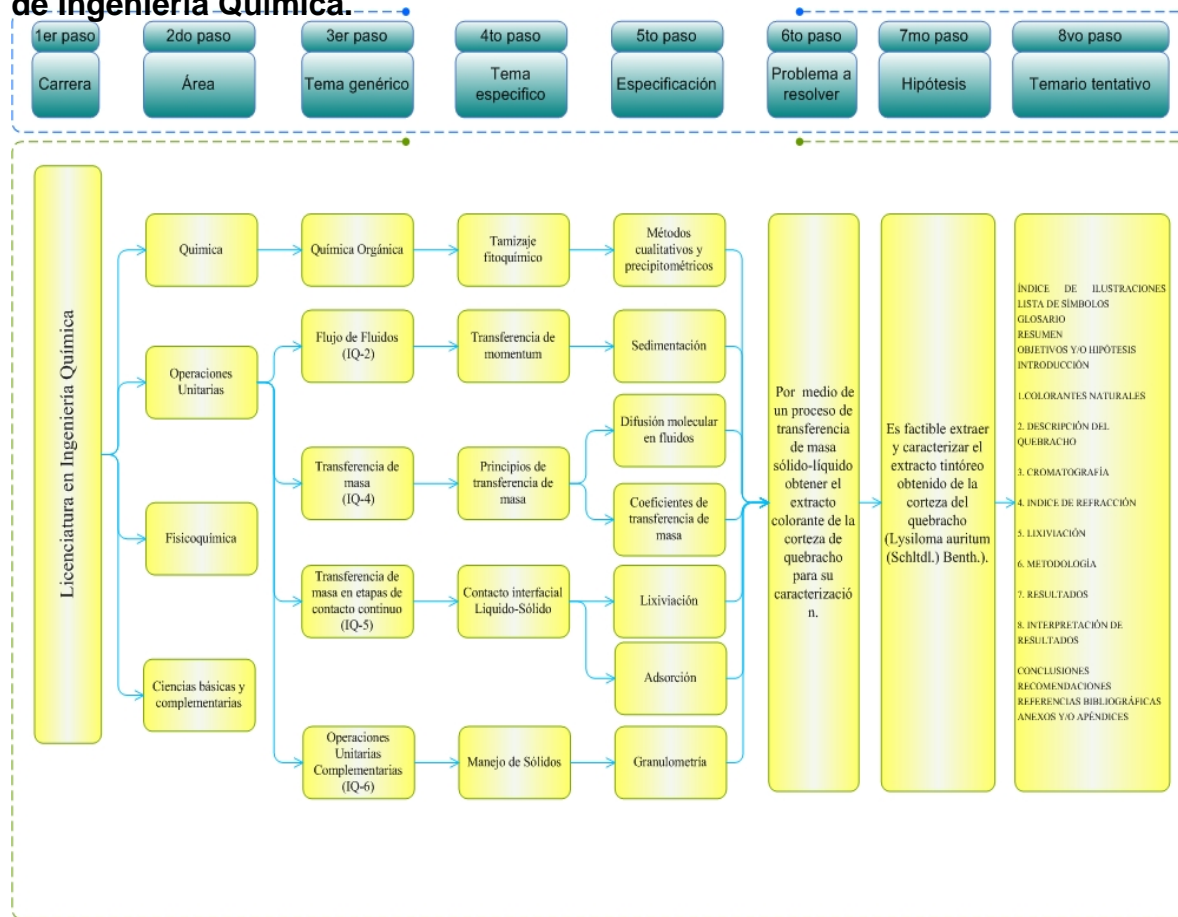
8. Rodríguez Montoya, Martha Catalina. **Alimentos con color natural**. (29/10/2002).<http://www.consumaseguridad.com/web/es/investigacion/2002/10/29/3885.php>. (17/01/07).
9. Treybal, Robert, **Operaciones de transferencia de masa**. 2da. Edición. Editorial McGraw-Hill, México 2002, 23-42, 656-669, 792-797 pp.
10. Walpole, Ronald, **Probabilidad y estadística para ingenieros**. Sexta edición, Editorial Pearson Educación, México 1999, 463-468 pp.
11. Zorilla A. Santiago y Torres X. Miguel. **“Guía para elaborar la Tesis”**. 2da Edición. Editorial McGraw Hill. Pág. 4-87. México 1992. Reimpresión 2005.

BIBLIOGRAFÍA

1. Domínguez M., Augusto Alberto. Extracción de los pigmentos colorantes del tipo xantofilas contenidos en la flor Tagetes Erecta (Marigold). Tesis Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 1987. 50 pp.
2. Domínguez, Xorge. Métodos de investigación fitoquímica. México: Editorial Limusa, 1973. 250 pp.
3. Donado Miranda, Marco Antonio. Extracción de carotenoides de la caléndula para su utilización como colorante natural en productos para consumo humano. Tesis Ing. Química. Guatemala, USAC, Facultad de Ingeniería, 2000. 47 pp.
4. Ibid., Volumen V. 630 pp.

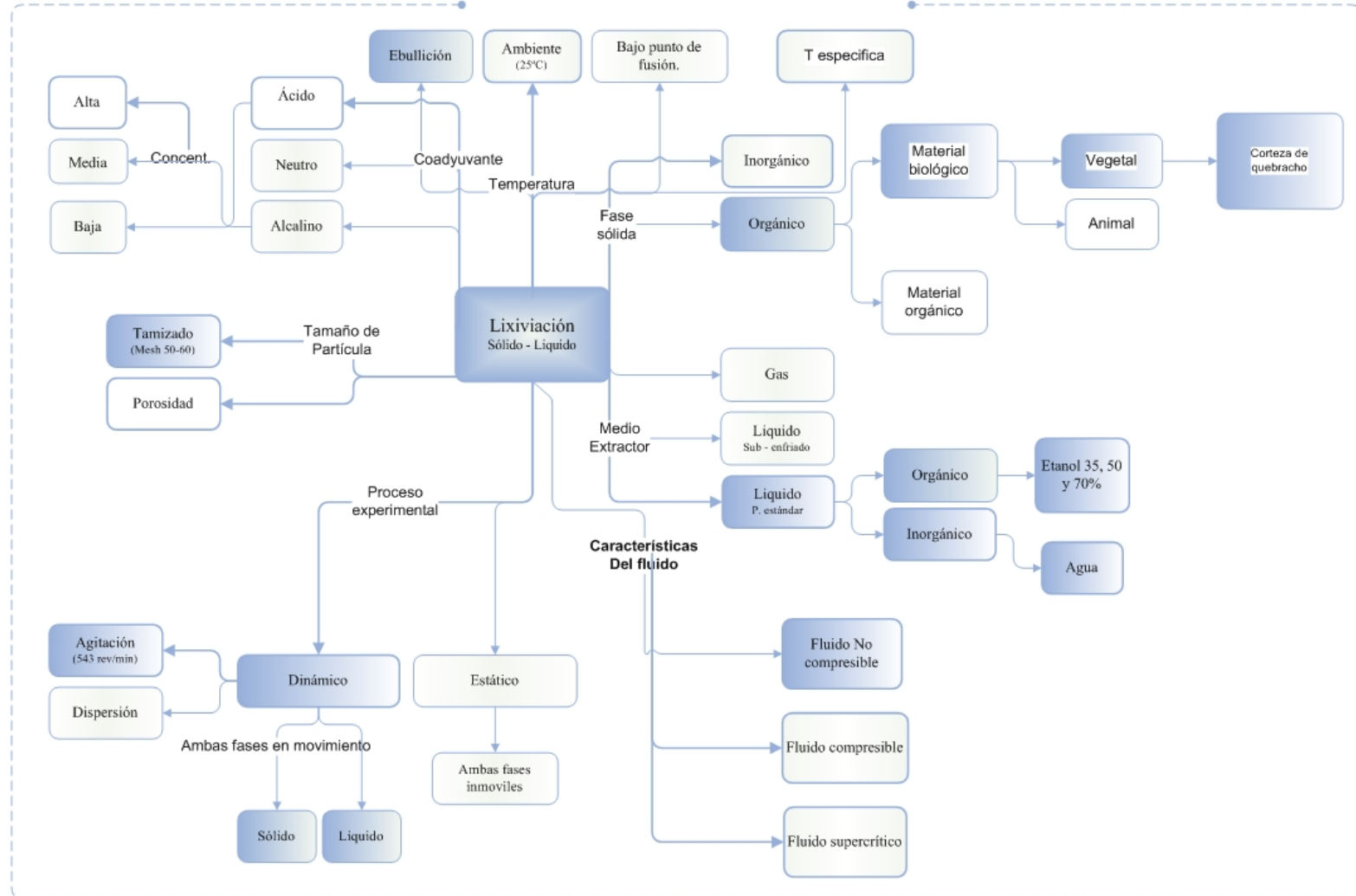
APÉNDICE APÉNDICE A

Figura 20. Procedimiento para la elaboración de Tesis de extracción de Colorantes Naturales en la carrera de Ingeniería Química.



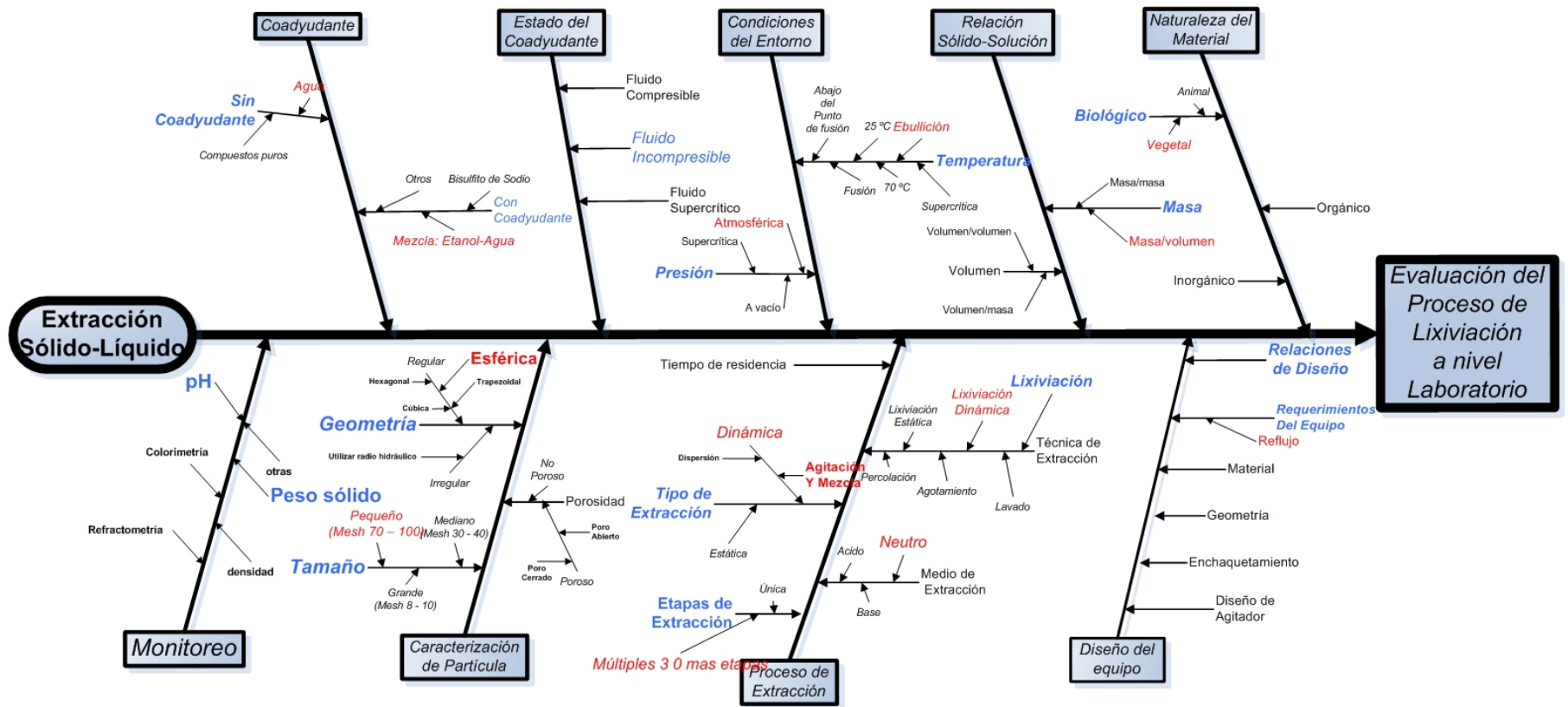
Fuente: Referencia 14.

Figura 21 Diagrama de lixiviación para el proceso de extracción de colorante del Quebracho



Fuente: Metodología experimental.

Figura 22 Diagrama de Causa y Efecto para determinar las variables en un proceso de lixiviación



Fuente:

Metodología

experimental.

APÉNDICE B

Análisis estadístico

El presente trabajo se realizó un análisis estadístico unifactorial, con la finalidad de comprobar cuál hipótesis es la que mejor se ajusta a la parte experimental del estudio, aceptando la hipótesis nula o la hipótesis alternativa. El método expresó una medida de la variación total de un conjunto de datos como una suma de términos, que se pueden atribuir a fuentes o causas específicas de variación.

Se analizarán en este caso la variación del rendimiento debido al solvente, la extracción sucesiva y el tiempo de contacto sólido líquido.

Los datos experimentales se trabajaron bajo el diseño experimental planteado, utilizando el siguiente esquema:

Tabla XXI. Análisis de Varianza para el Diseño unifactorial

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media cuadrática	F _o
Tratamientos	$\sum_{i=1}^a \frac{y_i^2}{N} - \frac{y^2}{aN}$	$a - 1$	$\frac{(SS_{tratamientos})}{(a - 1)}$	$\frac{(MS_{tratamientos})}{(MS_E)}$
Error	SS_E (por sustracción)	$N - a$	$\frac{(SS_E)}{(N - a)}$	
Total	$\sum_{i=1}^a \sum_{j=1}^N y_{ij}^2 - \frac{y^2}{aN}$	$N - 1$		

Fuente: Ref. 12

Por ejemplo para las densidades:

Tratamiento 1: etanol 70% (v/v) Media = 0.9208222

Tratamiento 2: etanol 35% (v/v) Media = 1.00224019

Tratamiento 3: agua destilada Media = 1.04371464

No. de Tratamientos: 3

No. de repeticiones: 9

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Tabla XXII Análisis estadístico para la densidad del extracto colorante con diferentes solventes para un nivel de confianza del 99%

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	0.07035469	0.03511	426.11	5.61
Error	24	0.00198127	8.25E-5		
Total	26	0.07233596			

Fuente: Análisis estadístico.

Conclusión:

Regla de decisión

si $F \text{ calculada} \geq F \text{ tabulada}$ se rechaza H_0

si $F \text{ calculada} \leq F \text{ tabulada}$ se acepta H_0

$426.11 \geq 5.61$ se rechaza H_0

H_a : existe diferencia significativa en las densidades del extracto tintóreo de la corteza quebracho para cada solvente a utilizar.

Tabla XXIII Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la primera extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	0.004248	0.002119	5085.6001	5.61
Error	24	1E-5	4.1667E-7		
Total	26	0.004248			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1=\mu_2=\mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1\neq\mu_2\neq\mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F \text{ calculada} \geq F \text{ tabulada}$ se rechaza Ho

si $F \text{ calculada} \leq F \text{ tabulada}$ se acepta Ho

$426.11 \geq 5.14$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para cada solvente a utilizar.

Tabla XXIV Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la segunda extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	0.004285	0.00124	6427.75	5.61
Error	24	8E-6	3.33E-7		
Total	26	0.00429317			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1=\mu_2=\mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1\neq\mu_2\neq\mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F \text{ calculada} \geq F \text{ tabulada}$ se rechaza Ho

si $F \text{ calculada} \leq F \text{ tabulada}$ se acepta Ho

$6427.75 \geq 5.61$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para cada solvente a utilizar para la segunda extracción.

Tabla XXV Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante con diferentes solventes para la tercera extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	0.00437317	0.00218658	8746.333	5.61
Error	24	6E-6	2.5E-7		
Total	26	0.00437917			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$8746.333 \geq 5.61$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para cada solvente a utilizar para la tercera extracción.

Tabla XXVI Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando agua para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	5E-7	2.5E-7	6.0000021	5.61
Error	24	1E-6	4.1166E-8		
Total	26	1.5E-6			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si F calculada \geq F tabulada se rechaza Ho

si F calculada \leq F tabulada se acepta Ho

6 \geq 5.61 se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para extracciones sucesivas a utilizando agua.

Tabla XXVII Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando etanol 70% (v/v) para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	1.1667E-6	5.8333E-7	0.875001	5.61
Error	24	1.6E-5	6.667E-7		
Total	26	1.7167E-5			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1=\mu_2=\mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1\neq\mu_2\neq\mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$0.875001 \leq 5.61$ se acepta Ho

Ho: No existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para extracciones sucesivas a utilizando etano. 70% (v/v).

Tabla XXVIII Análisis estadístico para el índice de refracción del extracto colorante a diferentes extracciones sucesivas utilizando etanol 35% (v/v) para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	5E-7	2.5E-7	0.857142	5.61
Error	24	7E-6	2.9167E-7		
Total	26	7.5E-6			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1=\mu_2=\mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1\neq\mu_2\neq\mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$0.875001 \leq 5.61$ se acepta Ho

Ho: No existe diferencia significativa en los índices de refracción del extracto tintóreo de la corteza quebracho para extracciones sucesivas a utilizando etano. 35% (v/v).

Tabla XXIX Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes siendo la primera extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	337.6835	168.84175	448.4493	6.93
Error	12	4.51801502	0.3765012		
Total	14	342.201515			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si F calculada \geq F tabulada se rechaza Ho

si F calculada \leq F tabulada se acepta Ho

448.4493 \geq 6.93 se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes, siendo la primera extracción.

Tratamiento 1: etanol 70% (v/v) Media = 19.17

Tratamiento 2: etanol 35% (v/v) Media = 17.24

Tratamiento 3: agua destilada Media = 8.28

Utilizando el método de Tukey

	8.28	17.24	19.17
19.17	10.89 (*)	1.93 (*)	0
17.24	8.96 (*)	0	
8.28	0		

Comparador:

Para un nivel de confianza 99% $q=5.04$, $w=1.38202091$

Regla de Decisión

(*) $10.89 \geq 1.38202091$ Existe diferencia

(*) $1.93 \geq 1.38202091$ Existe diferencia

(*) $8.96 \geq 1.38202091$ Existe diferencia

19.17 A
 17.24 --- B
 8.28 --- --- C

Conclusión: El mejor tratamiento es etanol 70% (v/v)

Tabla XXX Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes siendo la segunda extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	1.11376463	0.556882	1.060065	6.93
Error	12	6.30043553	0.52503629		
Total	14	7.41420016			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F \text{ calculada} \geq F \text{ tabulada}$ se rechaza Ho

si $F \text{ calculada} \leq F \text{ tabulada}$ se acepta Ho

$1.060065 \leq 6.93$ se acepta Ho

Ho: no existe diferencia significativa en para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes, siendo la segunda extracción.

Tabla XXXI. Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes, siendo la tercera extracción para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	10.5507713	5.2753	64.4079459	7.21
Error	9	0.73715238	0.081905		
Total	11	11.2879236			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$64.4079459 \geq 7.21$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en para el rendimiento de extracto utilizando diferentes solventes, siendo la tercera extracción.

Tratamiento 1: agua destilada Media = 3.89557907

Tratamiento 2: etanol 35% (v/v) Media = 1.98513874

Tratamiento 3: etanol 70% (v/v) Media = 1.83618386

Utilizando el método de Tukey

	1.84	1.99	8.896
3.896	2.056 (*)	1.906 (*)	0
1.99	0.15 (NS)	0	
1.84	0		

Comparador:

Para un nivel de confianza 99% $q=5.43$, $w=0.77701109$

Regla de Decisión

(*) $2.056 \geq 0.77701109$ Existe diferencia

(*) $1.906 \geq 0.77701109$ Existe diferencia

(NS) $0.15 \leq 0.77701109$ No Existe diferencia

3.896 A
 1.99 --- B
 1.84 --- B C

Conclusión: El mejor tratamiento es el agua para la tercera extracción

Tabla XXXII Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando etanol 70% (v/v), para extracciones sucesivas

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	811.792056	405.896028	3139.62341	6.93
Error	12	1.55138107	0.12928179		
Total	14	813.343437			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$3139.62341 \geq 6.93$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en para el rendimiento de extracto utilizando etanol 70% (v/v) para extracciones sucesivas.

Tratamiento 1: 1 extracción Media = 19.17

Tratamiento 2: 2 extracción Media = 6.16

Tratamiento 3: 3 extracción Media = 1.87

Utilizando el método de Tukey

	1.87	6.16	19.17
19.17	17.3 (*)	13.01 (*)	0
6.16	4.29 (*)	0	
1.87	0		

Comparador:

Para un nivel de confianza 99% $q=5.04$, $w=0.81042747$

Regla de Decisión

(*) $17.3 \geq 0.81042747$ Existe diferencia

(*) $13.01 \geq 0.81042747$ Existe diferencia

(*) $4.29 \geq 0.81042747$ Existe diferencia

19.17 A
 6.16 --- B
 1.87 --- --- C

Conclusión: El mejor tratamiento es la primera extracción utilizando etanol 70% (v/v).

Tabla XXXIII. Análisis estadístico para el rendimiento de extracto utilizando agua para extracciones sucesivas para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de variación	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrados medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	45.1380135	22.5690067	38.583658	6.93
Error	12	7.0192382	0.5849365		
Total	14	52.1572517			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si F calculada \geq F tabulada se rechaza Ho

si F calculada \leq F tabulada se acepta Ho

38.583658 \geq 6.93 se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en para el rendimiento de extracto utilizando agua para extracciones sucesivas.

Tratamiento 1: 1 extracción Media = 8.28

Tratamiento 2: 2 extracción Media = 6.78

Tratamiento 3: 3 extracción Media = 4.1

Utilizando el método de Tukey

	4.1	6.78	8.28
8.28	4.1926 (*)	1.49814(NS)	0
6.78	2.6944 (*)	0	
4.1	0		

Comparador:

Para un nivel de confianza 99% $q=5.04$, $w=1.7238517$

Regla de Decisión

(*) $4.19 \geq 1.7238517$ Existe diferencia

(NS) $1.4981 \leq 1.7238517$ No Existe diferencia

(*) $2.6944 \geq 1.7238517$ Existe diferencia

19.17 A

6.16 A B

1.87 --- --- C

Conclusión: No existe diferencia del rendimiento entre la primera y segunda extracción pero si para la tercera extracción.

Tabla XXXIV. Análisis estadístico para el porcentaje de taninos en extracto colorante utilizando diferentes solventes para un nivel de confianza del 99%.

Fuente de Variación	Grados de Libertad	Suma de Cuadrados	Cuadrados Medios	F calculada	F tabulada
Tratamientos	2	35.1166257	17.5583	629.062587	10.92
Error	6	0.16747122	0.02791187		
Total	8	35.2840969			

Fuente: Análisis estadístico.

Ho: $\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$ Los tratamientos son iguales

Ha: $\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$ Los tratamientos no son iguales

Regla de decisión

si $F_{calculada} \geq F_{tabulada}$ se rechaza Ho

si $F_{calculada} \leq F_{tabulada}$ se acepta Ho

$629.062587 \geq 10.92$ se rechaza Ho

Ha: existe diferencia significativa en para el rendimiento de taninos en extracto colorante utilizando diferentes solventes.

Tratamiento 1: etanol 70% (v/v) Media = 9.492633

Tratamiento 2: etanol 35% (v/v) Media = 6.9463

Tratamiento 3: agua Media = 4.6563

Utilizando el método de Tukey

	4.6563	6.9463	9.492633
9.492633	4.8363 (*)	2.5463(NS)	0
6.9463	2.29 (*)	0	
4.6563	0		

Comparador:

Para un nivel de confianza 99% $q=6.33$, $w=0.61057$

Regla de Decisión

(*) $4.8363 \geq 0.61057$ Existe diferencia

(*) $2.5463 \geq 0.61057$ No Existe diferencia

(*) $2.29 \geq 0.61057$ Existe diferencia

9.49	A		
6.94	---	B	
4.65	---	---	C

Conclusión: El mejor tratamiento es el etanol 70% (v/v) para obtener mayor cantidad de taninos.

APÉNDICE C

Datos originales

Tabla XXXV Datos originales para extracción con diferentes solventes.

Solvente	Muestra	Repetición	Peso (g)	Peso extracto	Rendimiento
Etanol (70%) (v/v)	1	1	60.05	11.504	19.1573689
		2		3.83	6.37801832
		3		1.12	1.86511241
	2	1	60.07	11.461	19.0794074
		2		3.885	6.46745464
		3		1.07	1.7812552
	3	1	60.08	11.95	19.8901465
		2		3.46	5.75898802
		3		1.2	1.99733688
	4	1	60.08	11.07	18.4254328
		2		3.77	6.27496671
		3		1.2	1.99733688
	5	1	60.14	11.604	19.2949784
		2		3.546	5.8962421
		3		1.023	1.70103093
Etanol (35%) (v/v)	1	1	60.02	10.03	16.7110963
		2		3.79	6.31456181
		3		1.39	2.3158947
	2	1	60.01	10.23	17.0471588
		2		3.95	6.58223629
		3		1.21	2.01633061
	3	1	60	10.36	17.2666667
		2		4.87	8.11666667
		3		1.74	2.9
	4	1	60.2	10.49	17.4252492
		2		3.56	5.91362126
		3		1.22	2.02657807

Fuente: Datos Experimentales

Tabla XXXVI Datos originales para extracción con diferentes solventes.

Solvente	Muestra	Repetición	Peso (g)	Peso extracto	Rendimiento
Etanol (35%) (v/v)	5	1	60.06	10.65	17.7322677
		2		3.86	6.42690643
		3		0.95	1.58175158
Agua	1	1	60.03	5.87	9.77844411
		2		3.15	5.24737631
		3		2.03	3.38164251
	2	1	60.23	4.8	7.96945044
		2		4.32	7.1725054
		3		2.54	4.21716752
	3	1	60.06	4.76	7.92540793
		2		4.47	7.44255744
		3		2.91	4.84515485
	4	1	60.09	4.75	7.90480945
		2		4.23	7.03944084
		3		2.47	4.11050092
	5	1	60.16	4.7	7.8125
		2		4.21	6.99800532
		3		2.33	3.87300532

Fuente: Datos Experimentales

Tabla XXXVII Datos originales para densidad de extracto colorante con etanol 70% (v/v) a 20 °C.

Densidad de la solución		
etanol 70% (v/v)		
Muestra	Densidad (g/mL)	Promedio
1	0.918	0.919066667
	0.9182	
	0.921	
2	0.9212	0.920966667
	0.9203	
	0.9214	
3	0.922	0.922433333
	0.9213	
	0.924	

Fuente: Datos Experimentales

Tabla XXXVIII Datos originales para densidad de extracto colorante con etanol 35% (v/v) a 20 °C

Densidad de la solución		
etanol 35% (v/v)		
Muestra	Densidad (g/mL)	Promedio
1	0.998268	0.99772533
	0.996334	
	0.998574	
2	1.00458248	1.00437882
	1.00285132	
	1.005702648	
3	1.004887984	1.00461643
	1.009572301	
	0.999389002	

Fuente: Datos Experimentales

Tabla XXXIX Datos originales para densidad de extracto colorante con agua a 20 °C.

Densidad de la solución		
Agua		
Muestra	Densidad (g/mL)	Promedio
1	1.004429735	1.033316361
	1.04898167	
	1.046537678	
2	1.055600815	1.050509165
	1.049592668	
	1.046334012	
3	1.046537678	1.047318398
	1.046843177	
	1.048574338	

Fuente: Datos Experimentales

Tabla XL Datos originales para índice de refracción del extracto colorante con agua a 20 °C

Índice de Refracción a 20 °C				
Extracción sucesiva		Repeticiones		
Solvente	Muestra	R1	R2	R3
AGUA	1.1	1.334	1.334	1.334
	1.2	1.334	1.334	1.334
	1.3	1.334	1.334	1.334
	2.1	1.3345	1.3345	1.3345
	2.2	1.334	1.334	1.334
	2.3	1.3345	1.3345	1.3345
	3.1	1.3345	1.3345	1.3345
	3.2	1.334	1.334	1.334
	3.3	1.334	1.334	1.334
Etanol 35% (v/v)	1.1	1.35	1.35	1.35
	1.2	1.3505	1.3505	1.3505
	1.3	1.35	1.35	1.35
	2.1	1.3515	1.3515	1.3515
	2.2	1.351	1.351	1.351
	2.3	1.351	1.351	1.351
	3.1	1.3505	1.3505	1.3505
	3.2	1.35	1.35	1.35
	3.3	1.35	1.35	1.35
Etanol 70% (v/v)	1.1	1.365	1.365	1.365
	1.2	1.364	1.364	1.364
	1.3	1.3645	1.3645	1.3645
	2.1	1.366	1.366	1.366
	2.2	1.366	1.366	1.366
	2.3	1.3655	1.3655	1.3655
	3.1	1.364	1.364	1.364
	3.2	1.3645	1.3645	1.3645
	3.3	1.366	1.366	1.366

Fuente: Datos experimentales

Tabla XLI Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando agua como solvente. Realizado a una temperatura de 95°C y una relación de sólido/solvente de 1:10.

Agua a ebullición + materia prima						
tiempo 15 min/extracción						
solvente	extracción	pH final	pH inicial	peso muestra (g)	peso extracto (g)	rendimiento
Agua	1	4.63	4.85	30.02	2.691	8.964
	2	5.15	5.29		1.196	3.98401066
	3	5.41	5.55		0.385	1.282478348
	4	5.65	5.80		0.233	0.776149234
	5	5.69	5.9		0.204	0.679546969
tiempo 1 horas/extracción						
Agua	1	4.33	4.38	30.019	2.662	8.867717112
	2	4.28	5		1.264	4.210666578
	3	4.3	5.07		0.435	1.449082248
	4	4.4	5.3		0.231	0.769512642
	5	4.5	5.45		0.156	0.519670875
tiempo 2 horas/extracción.						
Agua 1	1	4.33	4.62	30.162	2.586	8.573702009
	2	4.26	4.64		1.374	4.555400835
	3	4.3	4.85		0.5021	1.664677409
	4	4.44	4.9		0.228	0.755918043
	5	4.36	5.2		0.14	0.464160202

Fuente: Datos experimentales

Tabla XLII Rendimiento de la extracción de metabolitos colorantes en función del tiempo y del número de extracciones sucesivas, utilizando etanol 50% (v/v) como solvente. Realizado a una temperatura de 80°C y una relación de sólido/solvente de 1:10

Tiempo 15 minutos por extracción					
solvente	extracción	pH final	pH inicial	peso muestra (g)	peso extracto (g)
Etanol	1	4.89	5.2	30.0009	4.6717
	2	5.1	5.4		1.4629
	3	5.4	5.82		0.4483
	4	5.58	6		0.126
Tiempo 60 minutos por extracción					
Etanol	1	5.12	5.22	30.1717	4.6493
	2	5.17	5.82		1.5912
	3	5.38	5.8		0.402
	4	5.59	5.9		0.126
Tiempo 120 minutos por extracción					
Etanol	1	4.91	5.19	30.044	4.604
	2	4.95	5.38		1.743
	3	5.22	5.57		0.467
	4	5.47	5.8		0.11

Fuente: Datos experimentales

APÉNDICE D

Figura 23 Equipo de lixiviación con reflujo en funcionamiento



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería USAC.

Figura 24 Filtrado del extracto utilizando una bomba de vacío.



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería USAC.

Figura 25 Secado de muestras utilizando una plancha de calentamiento.



Fuente: Laboratorio de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.

Figura 26 Diferentes muestras evaporadas para obtener el extracto colorante.



Fuente: Laboratorio de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.

Figura 27 Rotavaporación de muestras de extracto colorante



Fuente: Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería USAC.

Figura 28 Prueba colorimétrica de identificación de flavonoides, en extracto colorante, utilizando (de izquierda a derecha), ácido sulfúrico, cloruro férrico, una reacción de Shinoda y la muestra original.



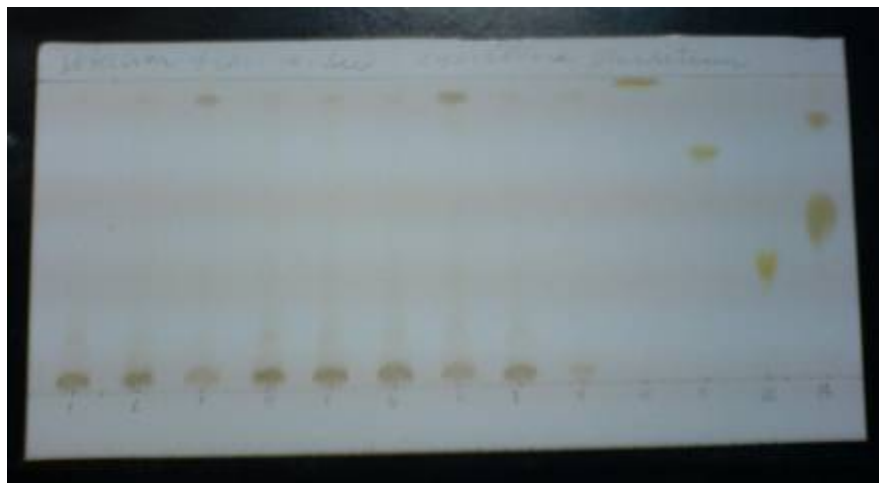
Fuente: Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, LIPRONAT, de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la USAC.

Figura 29 Prueba precipitométrica de identificación de taninos, en extracto colorante, utilizando (de derecha a izquierda) gelatina y gelatina sal 1%.



Fuente: Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, LIPRONAT, de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la USAC.

Figura 30 Cromatografía en capa fina realizada a extractos colorantes de Quebracho



Fuente: Laboratorio de Investigación de Productos Naturales, LIPRONAT, de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la USAC.