



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

**EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRECO (*Trigonella foenum-graecum* L.) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN**

**Luis Diego Melendrez Boteo**

Asesorada por el Ing. Qco. César Alfonso García Guerra

Co-Asesorada por el Ing. Qco. Adrián Antonio Soberanis Ibañez

Guatemala, agosto 2011

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRACO (*Trigonella foenum-graecum* L.) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
POR

**LUIS DIEGO MELENDREZ BOTEQ**

ASESORADA POR EL ING. QCO. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

**INGENIERO QUÍMICO**

GUATEMALA, AGOSTO DE 2011

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA



**NÓMINA DE LA JUNTA DIRECTIVA**

<b>DECANO</b>	Ing. Murphy Olympo Paíz Recinos
<b>VOCAL I</b>	Ing. Alfredo Enrique Beber Aceituno
<b>VOCAL II</b>	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
<b>VOCAL III</b>	Ing. Miguel Ángel Dávila Calderón
<b>VOCAL IV</b>	Br. Juan Carlos Molina Jiménez
<b>VOCAL V</b>	Br. Mario Maldonado Muralles
<b>SECRETARIO</b>	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

**TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO**

<b>DECANO</b>	Ing. Murphy Olympo Paíz Recinos
<b>EXAMINADOR</b>	Ing. Otto Raúl De León De Paz
<b>EXAMINADOR</b>	Ing. Federico Guillermo Salazar Rodriguez
<b>EXAMINADOR</b>	Ing. Carlos Salvador Wong Daví
<b>SECRETARIO</b>	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

## HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

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

**EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRECO (*Trigonella foenum-graecum L.*) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 03 de marzo de 2010.



**Luis Diego Melendrez Boteo**



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



Nº 17150

Guatemala, 17 de Marzo de 2011.

Ingeniero  
Williams Guillermo Álvarez Mejía  
Director  
Escuela de Ingeniería Química

Respetable Ingeniero Álvarez:

Con un cordial saludo me dirijo a usted para informarle que he asesorado y aprobado el tema de Trabajo de Graduación titulado: **"EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISIQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRECO (*Trigonella foenum-graecum L.*) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN"**. Elaborado por el estudiante de Ingeniería Química Luis Diego Melendrez Boteo con número de carné 200611022. Considero que el Informe Final de Trabajo de Graduación desarrollado por el estudiante Melendrez Boteo, satisface los requisitos exigidos; por lo que solicito se sirva a remitirlo para su respectiva revisión.

Agradezco a usted la atención a la presente.

Atentamente,

Ing. César Alfonso García Guerra  
ASESOR

JEFE SECCIÓN QUÍMICA INDUSTRIAL  
CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA/CII





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

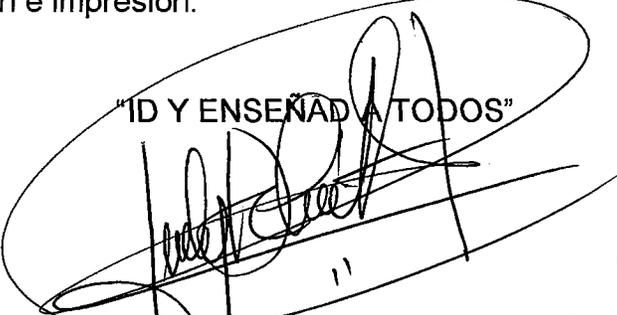
Guatemala, 01 de junio de 2011  
Ref.EIQ.TG.139.2011

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

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el **Acta TG-0432010-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, **Luis Diego Melendrez Boteo**, identificado con carné No. **2006-11022**, titulado: **"EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISCOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRACO (*Trigonella foenum-graecum L.*) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN"**, el cual ha sido asesorado por el Ingeniero Químico **Cesar Alfonso García Guerra**

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

"ID Y ENSEÑAR A TODOS"  
  
Inga. Teresa Lisely de León Arana, M.Sc.  
COORDINADORA  
Tribunal que revisó el informe final  
Del trabajo de graduación



ESCUELA DE  
INGENIERIA QUIMICA

C.c.: archivo



El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del estudiante, **LUIS DIEGO MELENDREZ BOTEQ** titulado: **"EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRACO (*Trigonella foenum-graecum* L.) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN."**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

  
Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía; C.Dr.  
DIRECTOR  
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, agosto de 2011

Cc: Archivo  
WGAM/ale



DTG. 284.2011.

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: **EVALUACIÓN DE PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS Y FITOQUÍMICAS DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EN LA SEMILLA DEL FENOGRACO (*Trigonella foenum-graecum L.*) OBTENIDA A NIVEL LABORATORIO, UTILIZANDO EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR DECOCCIÓN**, presentado por el estudiante universitario **Luis Diego Melendrez Boteo**, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:

  
Ing. Murphy Olimpo Paiz Recinos  
Decano

Guatemala, 11 de agosto de 2011.



/gdech

## **ACTO QUE DEDICO A:**

### **Dios**

Por regalarme la vida, cuidarme, guiarme y demostrarme su amor incondicional a lo largo de toda mi vida.

### **Virgen María**

Por protegerme, guiarme e interceder por mí en todo momento.

### **Mis padres**

Mauricio y Walda por ser mi apoyo y sobre todo ejemplo a seguir de trabajo, honestidad y amor incondicional. Los amo y este logro es para ustedes

### **Mis hermanos**

Julio y Lucía por siempre apoyarme y creer en mí, los amo y este triunfo también es de ustedes.



## **AGRADECIMIENTOS A:**

<b>Dios</b>	Por permitirme alcanzar esta meta.
<b>A la Universidad de San Carlos de Guatemala</b>	Por ser mi casa de estudios y hacerme la persona que soy.
<b>Mis padres</b>	Walda y Mauricio, por su apoyo, consejos y siempre creer en mí.
<b>Mis hermanos</b>	Julio y Lucía por ser las personas que siempre me apoyan y me hacen seguir adelante en todo momento.
<b>Mis abuelas</b>	Onelda y Rogelia por sus consejos, apoyo y sobre todo su amor.
<b>Mis tíos</b>	Fredy, Rosa, Alfredo, Virginia, Norma y en especial Mirna por su apoyo, consejos y cariño incondicional
<b>Mis primos</b>	A todos mis primos por su apoyo y amistad, pero en especial a Jose Alejandro por ser como mi hermano.

**Mi novia**

Romy Godínez por brindarme siempre su apoyo, consejos y en especial amor.

**Todos mis amigos**

A todos mis amigos que a lo largo de mi vida me han apoyado, dado consejos y muestras incondicionales de cariño y amistad, en especial Walter, Edwin, Mario Luis y José Fernando.

**Ingenieros**

César García y Telma Cano por sus consejos y sobre todo enseñanzas para mi formación profesional.

# ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES .....	VII
LISTA DE SÍMBOLOS .....	XIII
GLOSARIO .....	XV
RESUMEN .....	XVII
OBJETIVOS.....	XIX
HIPÓTESIS.....	XXI
INTRODUCCIÓN .....	XXIII
1. ANTECEDENTES .....	1
2. MARCO TEÓRICO .....	7
2.1. Fenogreco.....	7
2.1.1. Historia.....	7
2.1.2. Descripción botánica.....	7
2.1.3. Hábitat.....	8
2.1.4. Agricultura.....	8
2.1.5. Usos medicinales.....	9
2.1.6. Otros usos.....	10
2.1.7. Farmacología.....	11
2.1.7.1. Experimental .....	11
2.1.7.2. Clínica.....	12
2.1.8. Composición química.....	13
2.1.9. Farmacognosia .....	13
2.1.10. Toxicología.....	15
2.1.11. Indicaciones terapéuticas.....	16
2.1.12. Clasificación científica.....	17
2.1.13. Cortes histológicos .....	18

2.2.	Fracción lipídica.....	19
2.2.1.	Oleorresinas .....	20
2.2.1.1.	Composición química de las oleorresinas.....	20
2.2.1.2.	Factores que afectan el rendimiento .....	23
2.2.2.	Aceites esenciales .....	24
2.2.3.	Aceites fijos .....	26
2.2.4.	Lípidos .....	27
2.2.4.1.	Ácidos grasos .....	28
2.2.4.2.	Lípidos relacionados con ácidos grasos.....	30
2.2.4.2.1.	Alcoholes superiores y ceras ..	30
2.2.4.2.2.	Glicéridos simples .....	31
2.2.4.2.3.	Fosfoglicéridos .....	32
2.2.4.2.4.	Fosfoesfingolípidos .....	33
2.2.4.2.5.	Esfingenina, cerámidos y esfingofosfolípidos.....	33
2.2.4.2.6.	Esfingoglicolípidos.....	34
2.2.4.2.7.	Prostaglandinas.....	34
2.2.4.3.	Lípidos no relacionados con ácidos grasos .	35
2.2.4.3.1.	Terpenoides .....	35
2.2.4.3.2.	Carotenoides .....	36
2.2.4.3.3.	Esteroides .....	36
2.2.4.3.4.	Esteroles .....	36
2.2.4.3.5.	Ácidos y sales biliares .....	37
2.2.4.3.6.	Hormonas esteroideas .....	37
2.3.	Materia Prima .....	38
2.3.1.	Cultivos de materia prima .....	39
2.3.2.	Recolección .....	40
2.3.3.	Procesamiento pos-cosecha .....	41
2.3.4.	Almacenamiento .....	42

2.3.5.	Molienda .....	43
2.4.	Proceso de extracción.....	44
2.4.1.	Variables del proceso de extracción .....	45
2.4.1.1.	Agitación .....	46
2.4.1.2.	Estado de división de la materia prima .....	46
2.4.1.3.	Tiempo de extracción.....	47
2.4.1.4.	Naturaleza del solvente .....	47
2.4.1.5.	Temperatura .....	48
2.4.1.6.	pH.....	48
2.4.2.	Solventes .....	48
2.4.3.	Procesos de extracción sólido-líquido.....	50
2.4.3.1.	Representación gráfica en la extracción sólido-líquido.....	51
2.4.3.2.	Proceso de Lixiviación .....	54
2.4.3.2.1.	Preparación de materiales .....	58
2.4.3.2.2.	Velocidad de lixiviación .....	60
2.4.3.2.3.	Temperatura de lixiviación .....	61
2.4.3.2.4.	Etapas de extracción .....	61
2.4.3.2.5.	Lixiviación en materiales biológicos.....	62
2.4.3.3.	Proceso de Maceración .....	64
2.4.3.4.	Proceso de Percolación .....	66
2.4.3.5.	Lixiviación con unidad Soxhlet.....	67
2.4.4.	Monitoreo del proceso.....	72
2.4.1.1.	Pérdida de peso del sólido .....	72
2.4.1.2.	Sólidos solubles totales .....	72
2.4.1.3.	Densidad.....	72
2.4.1.4.	Índice de refracción.....	73
2.5.	Caracterización de la fracción lipídica .....	74

2.5.1.	Análisis fitoquímico .....	74
2.5.2.	Cromatografía.....	75
2.5.2.1.	Cromatografía en columna.....	78
2.5.2.2.	Cromatografía de capa fina .....	80
2.5.2.3.	Cromatografía de gases .....	83
2.5.2.4.	Cromatografía líquida de alta eficacia .....	85
2.5.3.	Análisis cuantitativo .....	87
2.6.	Industrialización de la fracción lipídica.....	88
3.	DISEÑO METODOLÓGICO .....	91
3.1.	Variables.....	91
3.1.1.	Variables.....	91
3.1.2.	Método que se utilizara.....	92
3.1.3.	Temperatura .....	92
3.1.4.	Solvente.....	92
3.1.5.	Tamaño de partícula.....	92
3.2.	Delimitación de campo de estudio .....	93
3.2.1.	Diseño de tratamientos.....	93
3.2.2.	Manejo experimental .....	93
3.2.3.	Preparación de la muestra.....	94
3.2.4.	Lixiviación utilizando unidad de extracción Soxhlet .....	94
3.2.5.	Manejo de productos y residuos .....	96
3.3.	Recursos humanos y físicos disponibles .....	96
3.3.1.	Recursos humanos disponibles .....	96
3.3.2.	Recursos físicos disponibles .....	97
3.4.	Recursos materiales disponibles .....	98
3.4.1.	Materia Prima .....	98
3.4.2.	Cristalería y otros materiales .....	98
3.4.3.	Equipo .....	99
3.4.4.	Reactivos.....	102

3.5.	Técnica cuantitativa .....	104
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información .....	105
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información ..	106
3.8.	Análisis estadístico.....	107
4.	RESULTADOS.....	117
5.	INTERPRETACION DE RESULTADOS .....	135
	CONCLUSIONES .....	139
	RECOMENDACIONES.....	141
	BIBLIOGRAFÍA.....	143
	APÉNDICES .....	145



## INDICE DE ILUSTRACIONES

### FIGURAS

1.	Planta de Fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	9
2.	Semilla fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	12
3.	Trigonelina.....	15
4.	Planta y semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	16
5.	Cortes histológicos .....	18
6.	Aceites Esenciales .....	24
7.	Distribución de equilibrio para el sistema Soluta-Solvente-Marc.....	52
8.	Lixiviación en materiales biológicos .....	56
9.	Equipo de extracción Soxhlet.....	70
10.	Equipo de extracción Soxhlet en serie .....	71
11.	Refractómetro.....	73
12.	Cromatografía.....	76
13.	Cromatografía en capa fina .....	83
14.	Equipo de cromatografía de gases.....	84
15.	Aguas Saborizadas .....	88
16.	Pastillas de fenogreco .....	89
17.	Productos de limpieza .....	89
18.	Equipo de extracción Soxhlet.....	95
19.	Gráfica de Densidad (g/ml) vs Solvente extractor de fracción lipídica de la semilla del fenogreco ( <i>Trigonell foenum-graecum</i> L.).....	107
20.	Medias marginales de Densidad (g/ml) de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	108

21.	Gráfica de Sólidos solubles totales (%) vs Solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	109
22.	Medias marginales de Sólidos solubles totales de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	110
23.	Gráfica de Índice de refracción vs solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	111
24.	Medias marginales de Índice de refracción de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	112
25.	Gráfica de Rendimiento (%) vs Solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	113
26.	Medias marginales del rendimiento porcentual de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	114
27.	Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) utilizando metanol como solvente, con una confianza de 99%. .....	115
28.	Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) utilizando etanol como solvente, con una confianza de 95%. .....	115
29.	Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) utilizando hexano como solvente, con una confianza de 99%. .....	116
30.	Rendimiento porcentual de la fracción lipídica extraída de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) en función del solvente utilizado. ....	126
31.	Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación mediante metanol.....	127

32.	Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación mediante etanol. ....	128
33.	Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación mediante hexano. ....	129
34.	Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado. ....	130
35.	Monitoreo en función de los sólidos solubles totales del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado. ....	131
36.	Monitoreo en función del índice de refracción del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado.....	132
37.	Correlación de la última etapa extractiva del proceso de lixiviación de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) mediante técnica Soxhlet.....	133
38.	Diagrama del sistema ternario correspondiente a la extracción de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) utilizando técnica soxhlet para los diferentes solvente.....	134

## TABLAS

I.	Análisis proximal de 100g de semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	13
II.	Clasificación científica .....	17
III.	Principales ácidos grasos .....	30
IV.	Clasificación de procesos de extracción sólido-líquido según resultados obtenidos.....	50
V.	Tipos de cromatografía.....	78
VI.	Parámetros de proceso .....	91
VII.	Recursos físicos .....	97
VIII.	Información Metanol .....	102
IX.	Información Etanol.....	103
X.	Información Hexano.....	104
XI.	Datos requeridos para un experimento en una dirección con a tratamientos y n repeticiones.....	106
XII.	Prueba de Duncan para las medias de densidad .....	107
XIII.	Comparación de Turkey para las medias de densidad.....	108
XIV.	Prueba de Duncan para Sólidos solubles totales .....	109
XV.	Comparación de Tukey para las medias Sólidos solubles totales ..	110
XVI.	Prueba de Duncan para Índice de refracción .....	111
XVII.	Comparación de Tukey para las medias de Índice de refracción ...	112
XVIII.	Prueba de Duncan para el rendimiento porcentual.....	113
XIX.	Comparación de Tukey para las medias del rendimiento porcentual.....	114
XX.	Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con metanol de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) .....	117

XXI.	Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con etanol de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	117
XXII.	Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con hexano de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	118
XXIII.	Metabolitos secundarios detectados en la fracción lipídica utilizando cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas (CGC/MS/DS) .....	119
XXIV.	Clasificación de los metabolitos secundarios encontrados en la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) al utilizar cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas (CGC/MS/DS).....	121
XXV.	Familias de metabolitos secundarios detectados en la fracción lipídica de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.) al utilizar cromatografía en capa fina, para cada solvente.....	123
XXVI.	Densidad de la fracción lipídica alcohólica y hexánica obtenida....	124
XXVII.	Índice de refracción de la fracción lipídica alcohólica y hexánica obtenidas ... ..	125
XXVIII.	Número de ciclos óptimo para el agotamiento efectivo de la semilla de fenogreco ( <i>Trigonella foenum-graecum</i> L.).....	133



## LISTA DE SIMBOLOS

<b>Símbolo</b>	<b>Significado</b>
<b>AOCS</b>	<i>American Oils Chemist's Society</i> (Sociedad Americana de Aceites Químicos)
<b>A</b>	Amperes
<b>D</b>	Coeficiente de distribución
$\epsilon$	Constante dieléctrica
<b>°C</b>	Grados celsius
<b>°K</b>	Grados kelvin
<b>H<sub>z</sub></b>	Hertz
<b>H<sub>i</sub></b>	Hipótesis alternativa
<b>H<sub>o</sub></b>	Hipótesis nula

<b>μm</b>	Micrómetros
<b>mL</b>	Mililitros
<b>mm</b>	Milímetros
<b>nm</b>	Nanómetros
<b>No.</b>	Número
<b>%</b>	Porcentaje
<b>H<sub>p</sub></b>	Potencia en <i>Horse-Power</i> (caballos fuerza)
<b>pH</b>	Potencial de hidrógeno
<b>R<sub>f</sub></b>	Recorrido de frente
<b>F</b>	Significancia
<b>V</b>	Voltios
<b>W</b>	<i>Watts</i> (vatios)

## GLOSARIO

<b>Aceite esencial</b>	Fracción líquida volátil generalmente destilable por arrastre con vapor de agua, que contiene las sustancias responsables del aroma de las plantas.
<b>Aceite fijo</b>	El aceite fijo se obtiene de ciertas plantas que, a diferencia de los aceites esenciales, son grasos, densos y no volátiles.
<b>Ácido graso</b>	Molécula orgánica formada por una larga cadena hidrocarbonada, en cuyo extremo hay un grupo carboxilo.
<b>Alcohol</b>	Derivado hidroxilado de un hidrocarburo parafínico o cicloparafínico, en donde el grupo OH está ligado a un átomo de carbono saturado
<b>Constante dieléctrica</b>	Es la capacidad de una mezcla de solventes de inducir un momento dipolar.

**Cromatografía**

Técnica de separación que presenta distintas variables. En toda separación cromatográfica hay dos fases (sólida, líquida o gas) una móvil y otra estacionaria, que se mueven una respecto de la otra manteniendo un contacto íntimo.

**Cromatografía de gases**

Método físico de separación en el cual los componentes a separar se distribuyen entre dos fases, una fase estacionaria, de gran área superficial, y la otra es un fluido (en este caso un gas) que pasa a través o a lo largo de la fase estacionaria.

**Extracción**

Separación de los componentes de cualquier sustancia por el contacto con un líquido.

**Técnica Soxhlet**

La extracción con Soxhlet consiste básicamente en el lavado sucesivo de una mezcla sólida con un determinado solvente, que va “lavando o extrayendo” de la mezcla, los componentes más solubles en él.

## RESUMEN

El presente trabajo de graduación consistió en evaluar las propiedades fisicoquímicas y fitoquímicas de la fracción lipídica en la semilla del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), a nivel laboratorio mediante extracción por decocción, variando el solvente utilizado, los cuales fueron metanol, etanol y hexano.

Mediante la utilización de tres diferentes solventes se obtuvieron diferentes rendimientos extractivos de la fracción lipídica, siendo el mayor el del metanol, luego el del etanol y el más bajo fue el del hexano. Una vez, obtenida la fracción lipídica se caracterizó mediante tamizaje fitoquímico y cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas, evidenciando que el metanol y el hexano son solventes selectivos en la extracción de metabolitos secundarios.

Fianalmente, durante el monitoreo del proceso de lixiviación se determinó que el parámetro fisicoquímico más sensible es la densidad, ilustrando la evolución del mismo.



# OBJETIVOS

## General

Evaluar las propiedades fisicoquímicas y fitoquímicas de la fracción lipídica al caracterizar la semilla del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), a nivel laboratorio, en función de cada solvente, utilizando la técnica de extracción por decocción.

## Específicos

1. Comparar el rendimiento de la fracción lipídica extraída de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), a partir de tres solventes, metanol, etanol y hexano.
2. Evaluar las propiedades fitoquímicas de la fracción lipídica obtenida, de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), a través de la cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas.
3. Evaluar las propiedades fisicoquímicas: el índice de refracción, sólidos solubles totales y densidad, de la fracción lipídica obtenida de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), con el fin de llevar a cabo un proceso de extracción más eficiente.
4. Evaluar los resultados a partir de la construcción del gráfico del sistema ternario correspondiente al método de extracción Soxhlet, en función de los tres diferentes solventes a utilizar.



## HIPOTESIS

El rendimiento, la densidad, el índice de refracción y los sólidos solubles totales de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), extraída a nivel laboratorio por el método de extracción por decocción puede ser afectada en función de la variación del tipo de solvente que se utilice.

### Hipótesis estadística

**Ho:** el rendimiento, la densidad, el índice de refracción y los sólidos solubles totales de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), extraída a nivel laboratorio por el método Soxhlet sí se ve afectada en función de la variación del tipo de solvente que se utilice.

$$\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3 \neq \mu_4 \neq 0$$

**Hi:** el rendimiento, la densidad, el índice de refracción y los sólidos solubles totales de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla del Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), extraída a nivel laboratorio por el método Soxhlet no se ve afectada en función de la variación del tipo de solvente que se utilice.

$$\mu_1 = \mu_2 = \mu_3 = \mu_4 = 0$$



## INTRODUCCIÓN

La importancia de la agricultura en los países como Guatemala es alta, ya que este país cuenta con un gran potencial agricultor, el cual basa gran parte de su economía en esta actividad. Es por esto que es necesario investigar los usos y valores agregados que se les puede llegar a dar a cada una de las especies vegetales que se encuentran en la amplia biodiversidad de nuestro país.

Debido a que en Guatemala una gran parte de la población vive en un nivel alto de pobreza, es muy difícil obtener los productos, ya sea alimenticios o medicinales, necesario en la vida cotidiana. Por ello la mayoría de esta población se basa en la agricultura, para que con ello se puedan cultivar una gran cantidad de productos que puedan suplir todos aquellos productos que no se pueden obtener debido a la falta de poder adquisitivo. Por ello surge la necesidad de investigar la utilización que se le puede dar a cada producto natural que puede ser cultivado en nuestro país.

El objetivo principal de este estudio fue evaluar un método de lixiviación para la obtención de la fracción lipídica del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando la técnica de extracción por decocción, usando tres diferentes solventes (metanol, etanol y hexano), con el fin de evaluar los rendimientos y características fitoquímicas de la fracción lipídica obtenida a partir de cada uno de los solventes.



# 1. ANTECEDENTES

Guatemala es un país básicamente agrícola, por lo tanto el suelo es el recurso más abundante y con mayor facilidad de explotación que posee. Actualmente, la demanda por los productos naturales provenientes de plantas y animales es muy grande, cada día se utiliza una gran variedad de aceites fijos y esenciales en preparaciones farmacéuticas y semi-farmacéutica, alimentos, carnes, salsas, pastelería, confiterías, aromatizantes, entre otros. Durante ya varios años la Sección de Química Industrial, ha trabajado en diversos proyectos de Investigación en el tema específico de extracción de aceites esenciales y extractos lipídicos con el propósito de brindar una profunda descripción de las propiedades básicas de las diferentes especies vegetales.

En 1998, se ejecutó el proyecto CONCYT (71-97) denominado “Factibilidad de la extracción del aceite esencial de ajo, jengibre para su exportación”, en el cual tanto para ajo y jengibre se variaron los métodos de extracción y el tamaño de lote. Utilizando los métodos de arrastre con vapor directo y arrastre con vapor utilizado, maceración y el método de hidrodestilación; con el apoyo del Doctor Nicolai Sharapin de la Universidad Federal Fulmínense de Niteroi, Brasil y el Licenciado Armando Cáceres de la Facultad de Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

En 1998, Telma Cano, Ingrid Benítez, Blanca Chávez (+) y Byron Aguilar ejecutaron el proyecto 28-97 CONCYT denominado: “Obtención y caracterización de capsaicina, ingrediente activo de productos fitofarmacéuticos y agroindustriales de tres especies de *Capsicum* (*Capsicum chinense*, *Capsicum annum* L. V. y *Capsicum anuum*)”.

Evaluando el rendimiento y la calidad en función de dos factores: concentración de alcohol etílico utilizado y nivel de deshidratación. Utilizando tres especies de capsicum, se concluyó que de las tres especies de Capsicum estudiadas: chile habanero (*Capsicum chinense*), chile jalapeño (*Capsicum anuum*) y chile verde o chocolate (*Capsicum anuum L. V.*), se obtuvo el mayor porcentaje de capsaicina en la oleorresina del Capsicum Chinense. Los resultados obtenidos de porcentaje de capsaicina en la oleorresina y en mezclas clorofórmicas de las 3 especies vegetales estudiadas proyectaron que el nivel de deshidratación del Capsicum y la concentración del solvente no influye en el porcentaje de rendimiento de la oleorresina.

En 2002, Telma Cano, Blanca Chávez (+), Jorge Godínez y Davida Monzón ejecutaron el proyecto (06-25), PUIDI-DIGI, denominado “Obtención y caracterización del aceite esencial y fracción lipídica de la pimienta negra (*Piper nigrum L.*) cultivada en Guatemala”, evaluando tres distintos tamaños de lote para la extracción de aceite esencial. La extracción de aceite esencial y fijo, se realizó en triplicado con un tiempo de extracción de 4 horas, un tamaño de partícula entre 1190 y 841 micrones y 15% de humedad. Para la extracción de oleorresina se evaluaron dos factores: 3 tamaños de lote (15, 10, 9 libras) y dos concentraciones de solvente (etanol ( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ) la 95% y 70%).

En el estudio también se evaluó las propiedades fisicoquímicas del aceite esencial y fracción lipídica. Al finalizar la ejecución del procedimiento correcto se concluyó que el valor más alto de porcentaje de rendimiento de aceite esencial de la pimienta negra cultivada en Guatemala fue de 0,96% para un lote de 15 libras, valor cercano al límite inferior que reporta la literatura que está en el rango entre 1-2,3%.

El valor más alto de porcentaje de rendimiento total de oleorresina, efectuando la sumatoria de los rendimientos de las diferentes maceraciones para un tamaño fijo de lote fue de 6,3249%, para un lote de 10 libras, utilizando como solvente alcohol etílico al 70%, este valor obtenido es mayor que el reportado en la literatura que es de 6%. Además, se obtuvo que los valores de porcentaje de rendimiento total de fracción lipídica obtenidos utilizando alcohol etílico al 95% son menores que los obtenidos utilizando alcohol etílico al 70%.

El valor medio de porcentaje de rendimiento total de oleorresina utilizando alcohol etílico al 95% fue de 4,122. Finalmente, se concluyó que no existe diferencia significativa en los valores obtenidos de porcentaje de piperina en la oleorresina en función del tamaño de lote, tiempo de maceración y solvente utilizado.

En 2002, César Garcíar, Blanca Chávez (+), Ingrid Benítez y Otto Cerezo ejecutaron el proyecto DIGI: “Alternativa de desarrollo tecnológico para la recuperación de las fracciones extractables y caracterización de los componentes claves curcumina y cariofileno contenidos en el rizoma de la cúrcuma (*Cúrcuma longa* L.) para su agroindustrialización en Guatemala”, concluyeron que el rendimiento general promedio extraído de aceite esencial de rizoma de cúrcuma fresca (*Curcuma longa* L.) a nivel de laboratorio fue de 0,39%, mientras que a nivel de planta piloto fue de 0,29%, lo que refleja una eficiencia de extracción de 0,74% para propósito de un escalamiento preliminar.

Además, el rendimiento general promedio de oleorresina extraída de rizoma de cúrcuma fresca a nivel de planta piloto con tiempos de extracción de 48 horas para la primera maceración estática fue de 11,63% y para la segunda maceración fue de 10,10%.

Se concluyó que no es recomendable la utilización del cariofileno como método de trazabilidad para monitorear la extracción de aceite esencial a nivel de planta piloto, debido a que no se detectó este metabolito secundario por el análisis de cromatografía de gases (GC). Encontraron que las propiedades fisicoquímicas del aceite esencial extraído a nivel de planta piloto coinciden en sus magnitudes a las referidas en la bibliografía consultada. Las propiedades fisicoquímicas de la oleorresina extraída a nivel de planta piloto constituyen una referencia preliminar en sus magnitudes en vista de que la bibliografía consultada refiere solo para aceite esencial. Y finalmente que es interesante para propósitos de extracción de oleorresina con dos solventes el efecto sinérgico de la mezcla de solventes glicerol/etanol de los resultados obtenidos a nivel de laboratorio, y que refleja una mejor capacidad extractiva que etanol únicamente.

En 2004, Julio López asesorado por Telma Cano, en el Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC, realizó el estudio denominado “Evaluación del rendimiento de oleorresina de las hojas de laurel (*Litsea guatemalensis* Mez.) de Tecpán, Chimaltenango en función del tamaño de partícula, utilizando dos solventes distintos a nivel planta piloto”. Los resultados obtenidos demostraron que el máximo rendimiento de oleorresina es de 7.5 % además se ha podido establecer que entre el etanol y el hexano, el primero extrae más que el segundo.

En 2007, Glenda Luna, elaboró su proyecto de tesis denominado “Análisis fisicoquímico y evaluación de rendimiento de extracción del aceite de semilla de morro (*Crescentia alata* HBK), proveniente de las regiones de Estandzuela, Zacapa y San Agustín Acasaguastlán, El Progreso”, en el cual determinó constantes fisicoquímicas como densidad, viscosidad, punto de ebullición, índice de refracción y solubilidad en distintos solventes.

Así también, determinó el perfil de ácidos grasos mediante la técnica de cromatografía de gases con espectrometría de masas.

En 2008, Lourdes Ramírez, ejecutó su trabajo de graduación “Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino Antigua obtenido por el proceso de prensado”, para ello realizó la extracción del aceite por prensado mediante un tratamiento térmico por extrusión, así también compara el rendimiento con la extracción de lixiviación en caliente Soxhlet. La caracterización del aceite de café la realizó a través de propiedades organolépticas como olor, color, aspecto y sabor; entre las propiedades físicas menciona el índice de refracción, densidad, pH, solubilidad, viscosidad y humedad.

En 2009, Adrián Soberanis realizó el trabajo de graduación “Evaluación de propiedades de la oleorresina de cardamomo (*Elletteria cardamomum*, *L. Matton*) obtenida a nivel laboratorio utilizando dos métodos de lixiviación a tres diferentes temperaturas”, en el cual concluyó que existe una diferencia significativa en el rendimiento porcentual de la oleorresina de cardamomo obtenida en cada uno de los métodos de extracción en función de la temperatura, así como que el método con mayor rendimiento de oleorresina de cardamomo es la maceración dinámica a 25°C, ya que éste es inversamente proporcional a la temperatura.

En 1996, Armando Cáceres Estrada, publicó el libro titulado “Plantas de Uso Medicinal en Guatemala” mediante el cual se presenta una descripción completa acerca de todas las características que toman parte durante el cultivo, recolección y usos que se le pueden dar a las plantas medicinales.

También se presenta una descripción detallada acerca de la composición química, farmacología y farmacognosia de las plantas medicinales que se cultivan en Guatemala, siendo una de estas plantas el Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.).

Por lo tanto, se considera que los procedimientos a nivel laboratorio y planta piloto para la extracción de aceites esenciales son importantes, ya que brindan alternativas de desarrollo y valor agregado a los productos que ya se comercializan en Guatemala.

## **2. MARCO TEORICO**

### **2.1. Fenogreco**

#### **2.1.1. Historia**

Se le dio el nombre de *foenum graecum* (heno griego) debido a que se cultivaba ampliamente en todos los países mediterráneos, y en especial en Grecia, a pesar de provenir originalmente del Oriente Medio.

Es una de las plantas medicinales más antiguas. El Papiro de Ébers, documento médico egipcio del siglo XV a.C., ya la recomendaba, este indicaba que se usaba como remedio para las quemaduras, para reducir la fiebre y como alimento, se creía que estimulaba la digestión y metabolismo. Es una planta de uso muy antiguo, Hipócrates le tenía gran estima por su riqueza de mucílago. Conocida como *hu ka ba* en la medicina tradicional china, para el tratamiento de desordenes renales, aparentemente por la forma y color de las semillas. Fue introducida en Europa central a comienzos del siglo IX por los benedictos.

#### **2.1.2. Descripción botánica**

Planta herbácea anual, 10-50 cm de alto, tallo erguido, redondeado, olor característico fuerte y persistente. Hojas abundantes erguidas, verde brillante, 3 foliolos, oblanceolados, ápice redondeado, base cuneada, borde dentado cerca del ápice.

Flores blanco-amarillento, zigomorfas, hermafroditas, 1-2 axilas; cáliz pubescente, 5 sépalos, 5 pétalos, papilionáea, estambres diadelfos. Fruto en vaina, 8-10cm de largo erguido, terminado en punta aguda, semillas 10-20, abolladas, con fuerte olor.

### **2.1.3. Hábitat**

Nativa del Sudeste de Europa y Oeste de Asia. Se cultiva comercialmente en Argentina, India, Egipto, Pakistán y países mediterráneos. En Guatemala se ha aclimatado para su cultivo comercial en pequeña escala en Chimaltenango, Huehuetenango, Quetzaltenango, Sololá y regiones de la costa.

### **2.1.4. Agricultura**

Se cultiva en una zona de vida de 8-27°C con precipitación pluvial de 0.4-1.5 m/año. Se propaga por semilla que se siembra directamente al suelo, como se muestra en la figura No. 1, en surcos de 30-50 cm, se requieren 20-25Kg/ha; la germinación ocurre a los 4-10 días, crece a pleno sol, florece a los 30-37 días, las vainas maduran en 60-90 días. Es una planta de muy rápido crecimiento, pero puede ser atacada por pudrición de la raíz, diversos mohos, áfidos thrips, y orugas.

Figura 1. **Planta de Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: nutridieta.com.

Las semillas se colectan en la época seca arrancando la planta completamente cuando la vaina está seca, se dejan secar al sol, se aporrean, se ciernen las semillas y luego se continúa el secado al sol; almacenar en lugar seco, el rendimiento de las semillas es de 1-2 ton/ha

#### **2.1.5. Usos medicinales**

La semilla se usa en múltiples formas (cocimiento, infusión, maceración o tostadas) por vía oral y enema para el tratamiento de afecciones gastrointestinales (cólico, colitis, diarrea, disentería, dispepsia, estreñimiento, flatulencia, gastritis, inapetencia, inflamación) y respiratorias (amigdalitis, catarro, dilatación de los pulmones, mucosidades, sarampión, tos); adelgazamiento, anemia, debilidad, diabetes, leche escasa, gota, hidropesía, hepatoesplenomegalia, neurastenia, posparto y raquitismo.

El cocimiento de las semillas produce abundante mucílago, que aplicado como baño de asiento, alivia las hemorroides, tópicamente el cocimiento de las semillas se usa para lavados de cabeza en caso de herpes y caspa; en fomentos o compresas se aplica en heridas, granos y supuraciones, en emplastos para quemaduras y hepatoesplenomegalia y en cataplasma para equimosis, úlcera y celulitis. La harina obtenida de las semillas, aplicada en cataplasma, se aplica sobre fístulas, furúnculos, heridas abiertas, dolores reumáticos e inflamaciones.

A la semilla se le atribuye propiedad afrodisiaca, antidiabética antiinflamatoria, carminativa, digestiva, emoliente, galactogoga, hipoglicémica, laxante, reconstituyente, tónica.

#### **2.1.6. Otros usos**

Las semillas se usan para aromatizar quesos. Las hojas tiernas y el germinado de las semillas se comen en ensaladas. Las semillas molidas se mezclan con heno descompuesto para hacerlo más agradable y que sea comido por el ganado. También la planta se utiliza para hacer brillante el cabello de los caballos y el follaje se usa como abono.

- Usos culinarios: debido a las cualidades aromáticas del fenogreco se emplea como especia en la cocina de algunos países y en su uso culinario se toman tanto las hojas como las semillas procedentes de su fruto. Las semillas en la gastronomía de la India se toman desecadas se emplean enteras y a veces ligeramente tostadas para realzar su sabor, o molidas, pero para ello hay que ponerlas en remojo antes. El empleo de las semillas enteras son uno de los ingredientes de la Halawa.

Las semillas hay que usarlas con moderación ya que tienen un ligero sabor amargo, no obstante si se tuestan, se debe hacer con precaución ya que si se pasan se le potencia el amargor. Las hojas verdes en Tailandia son tomadas crudas en ensaladas. En el Yemen se emplean las hojas como condimento principal en el plato nacional denominado Saltah. La alholva se emplea en la cocina de Irán en la receta del Ghormeh Sabzi. Las semillas molidas contienen curriarina, un ingrediente esencial en los curries preparados que encontramos en las tiendas. Su empleo más corriente es curry en polvo.

## **2.1.7. Farmacología**

### **2.1.7.1. Experimental**

Estudios antimicrobianos demuestran que el extracto acuoso y etanólico de semillas es inactivo contra bacterias, hongos y helmintos.

Estudios farmacológicos demuestran que la decocción y el extracto etanólico de semillas (200 mg/kg) poseen actividad hipoglicémica en ratones normales y aloxanizados en una relación dosis-dependiente, con un efecto comparable a tolbutaminada, así como en conejos hiperglicémicos evaluados por curva de tolerancia a la glucosa.

La incorporación del extracto de semillas a la dieta de perros diabéticos hipercolesterolémicos y normales redujo significativamente los niveles de colesterol, glucosa y glucagón sanguíneo; experimentos similares fueron reproducidos en ratas; la facción desgrasada disminuye los niveles de glucosa, glucagón y somatostatina en perros.

El tratamiento de ratas por semillas en la dieta durante 10 semanas demostró que cuando se administra como pre-tratamiento, es capaz de mejorar el estado de los animales que se refleja en normalización de los niveles de glucosa, ácidos grasos libres, colesterol y triglicéridos.

El extracto demuestra actividad antiinflamatoria y diurética en modelos animales. Los extractos etanólicos de semillas (500 mg/kg) aumentan la excreción urinaria en ratas durante 5 y 24 horas.

#### 2.1.7.2. Clínica

En 10 pacientes diabéticos no dependientes de insulina, la administración de 25 g/día del polvo de semillas, que se muestra en la figura No. 2, en la comida durante 10 días produjo una reducción en el área bajo la curva de tolerancia a la glucosa intravenosa, disminución de su vida media y aumento de la tasa de aclaramiento metabólico y de los receptores de insulina en los eritrocitos, lo que indica que el efecto hipoglicémico actúa tanto en los receptores de insulina como a nivel gastrointestinal.

Figura 2. **Semilla fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: merkgek.com.

### 2.1.8. Composición química

Tabla I. **Análisis proximal de 100g de semilla de fenogreco**  
**(*Trigonella foenum-graecum* L.)**

Compuesto	Cantidad
Calorías	323
Humedad	8.8 g
Proteínas	23.0 g
Grasa	6.4 g
Fibra	10.1 g
Carbohidratos totales	58.4 g
Cenizas	3.4 g
Calcio	176 mg
Fósforo	296 mg
Hierro	33.5 mg
Sodio	67 mg
Potasio	770 mg
Vitamina A	1,040 UI
Tiamina	0.32 mg
Riboflavina	0.37 mg
B2	0.36 mg
Ácido ascórbico	3-12 mg
Niacina	1.64 mg

Fuente: Armando Cáceres, "Plantas de uso medicinal en Guatemala", p. 174.

### 2.1.9. Farmacognosia

La materia médica son semillas secas. Microscópicamente son romboides, café claro, 5-7 mm de largo, en un lado presenta una honda depresión que divide el radículo y dos cotiledones; olor característico, sabor mucilaginoso, ligeramente amargo.

Microscópicamente son fragmentos de epidermis de la testa con células con pigmento café amarillento; células poligonales de pared gruesa y pequeño lumen; fragmentos de hipodermis de una capa simple de células incoloras; parénquima de la testa con varias capas de células de pared delgada; células de endospermo poligonales conteniendo mucílago; parénquima de cotiledones abundante.

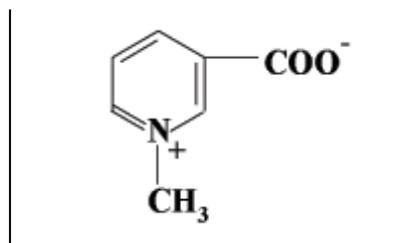
El aceite fijo es abundante, consiste de ácidos linoléico, oléico y linolénico, color amarillo brillante, olor desagradable, sabor amargo, insoluble en éter, con propiedades desecantes. El aceite esencial de semillas es muy escaso (0.01-0.02%), color café ligeramente oloroso, densidad 0.871 g/ml, contiene 51 componentes.

El extracto resinoide se usa como emoliente, saborizante y para imitar el sabor de miel de maple. Los principales componentes del aceite esencial y la oleoresina son n-hexanol, alcanfor, dihidrobenzofurano,  $\gamma$ -nonalactona,  $\beta$ -y  $\delta$ -elemento, tetradecano, dihidroactinidiólido,  $\epsilon$ - y  $\gamma$ -muuroleno, calameneno y pentadecano; el olor característico es un heterociclo (3-hidroxi-4,5dimetil-2(5H)-furanona), que es escaso en el aceite esencial, pero está presente en la oleoresina. Las semillas tienen un rendimiento del mucílago seco del 11%.

La actividad antiviral se atribuye a un ester esferoidal (fenugrequina); la actividad antiinflamatoria y emoliente se atribuye a su alto contenido (hasta 50%) de fibra mucilaginoso, la que también es responsable de su actividad laxante y tónico digestivo. La actividad hipoglucémica se atribuye a cumarinas, ácido nicotínico y trigonelina. Por su contenido de fósforo se le atribuye propiedad estimulante neuromuscular.

La trigonelina, ilustrada en la figura No. 2, es un alcaloide de peso molecular 137, en etanol forma cristales blancos prismáticos monohidratados, anhidro a 100°C, punto de fusión 230-233°C, sabor salado, muy soluble en agua, soluble en alcohol, insoluble en eter y cloroformo, presenta actividad contra células P-388. Por su contenido de trigonelina y diosgenina las semillas usadas por su actividad emoliente y como agente saborizante.

Figura 3. **Trigonelina**



Fuente: Armando Cáceres "Plantas de uso medicinal en Guatemala, p. 175.

Las sapogeninas esteroideas son abundantes. La diosgenina tiene peso molecular 141, en acetona forma cristales, punto de fusión 204-207°C, rotación óptica específica - 129°C, soluble en disolventes orgánicos y ácidos acético, tiene actividad antiinflamatoria en el edema inducido por caolin en rata (60 mg/kg), su principal uso industrial es para convertir en pregnenolona y progesterona. Un derivado importante es la fenugrequina.

### 2.1.10. Toxicología

Los extractos acuosos y etanólicos del fruto no son mutágenos. Si bien no hay evidencia clínica de todas las propiedades atribuidas, por su uso por mucho tiempo como alimento, condimento y medicamento se considera que su consumo es seguro e inocuo.

Las sobredosis de cumarinas y estrógenos pueden ser tóxicas; las semillas contienen inhibidores de tripsina y quemotripsina. Por su propiedad estimulante uterina está contraindicada durante el embarazo.

### 2.1.11. Indicaciones terapéuticas

Por su actividad emoliente mucilaginoso, laxante, nutritiva, carminativa, colagoga y expectorante está indicado su uso por vía oral en el tratamiento de anorexia, dispepsia, colitis, estreñimiento, gastritis, faringitis y estados de convalecencia. Tópicamente tiene actividad emoliente y vulneraria por lo que está indicado su uso para tratar abscesos, forúnculos, gota, hemorroides, heridas, linfadenitis, llagas, mialgia, úlceras y vaginitis.

Figura 4. **Planta y semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: milksci.unizar.es.

### 2.1.12. Clasificación científica

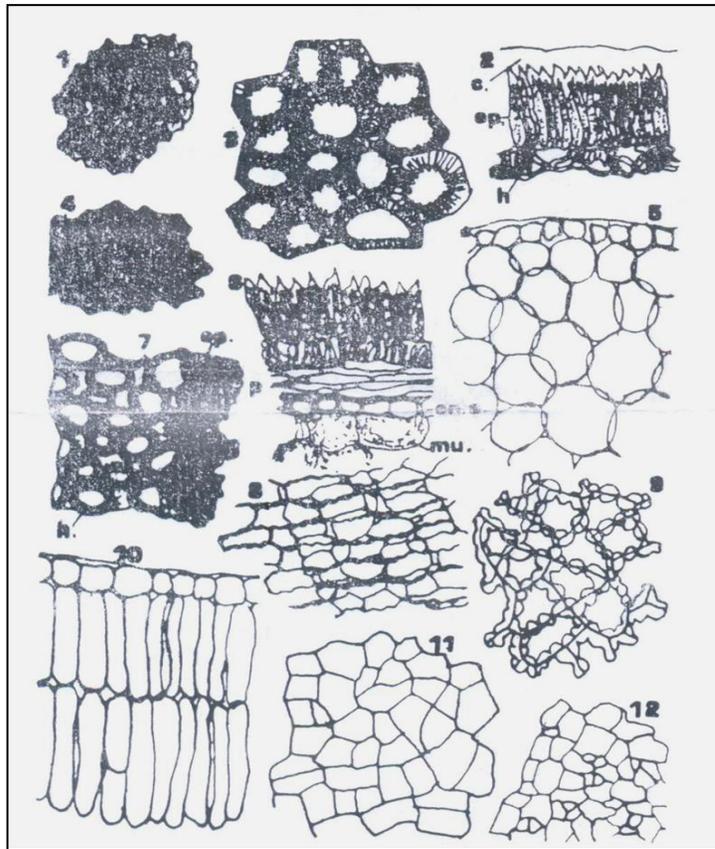
Tabla II **Clasificación científica**

Reino:	Plantae
División:	Magnoliophyta
Clase:	Magnoliopsida
Subclase:	Rosidae
Orden:	Fabales
Familia:	Fabaceae
Subfamilia:	Faboideae
Tribu:	Trifolieae
Género:	<i>Trigonella</i>
Especie:	<i>T. foenum-graecum</i>

Fuente: wikipedia.

### 2.1.13. Cortes histológicos

Figura 5. Cortes histológicos



Fuente: Armando Cáceres Plantas de uso medicinal en Guatemala, p. 175.

- Epidermis de la testa
- Cuticula
- Hipodermis de la testa desde abajo
- Epidermis de la testa desde abajo
- Epidermis y células parenquimatosas del cotiledón
- Sección de la semilla mostrando epidermis, hipodermis y parénquima
- Epidermis e hipodermis de la testa

- Capas de parénquima
- Capa externa del endospermo
- Epidermis y palizada de los cotiledones
- Parénquima indiferenciado de los cotiledones
- Capa simple de parénquima de la testa

## **2.2. Fracción lipídica**

Los aceites y grasas se hallan distribuidos extensamente en los reinos animal y vegetal, desde los organismos más sencillos hasta los más complicados, existiendo en mayor o menor proporción en casi todos los tejidos orgánicos.

Las grasas vegetales se encuentran predominantemente en las semillas y en los frutos, pero también existen en las raíces, ramas y hojas en las plantas.

La diferencia entre grasas y aceites es solamente apreciación organoléptica, puesto que se consideran como aceites las sustancias que a la temperatura ambiente son líquidas, mientras que las grasas permanecen sólidas.

Las grasas y aceites constituyen, junto con los carbohidratos y proteínas, los tres grupos de nutrientes más importantes que forma la materia orgánica de las células vivas. Químicamente se les agrupa en una clase muy amplia de sustancias denominadas lípidos, de la cual forman parte también las ceras, fosfolípidos y glucolípidos.

Las fracciones lipídicas con frecuencia se encuentran en semillas, donde reemplazan a los carbohidratos como material de reserva nutritiva. Como lípidos que son, las grasas constituyen un componente esencial de las membranas biológicas.

### **2.2.1. Oleorresinas**

Son extractos de especias, que se obtienen por tratamiento de la materia prima seca con solventes. Los solventes empleados son eliminados casi completamente por procesos de destilación al vacío, destilación azeotrópica, o ambas.

Tienen el aroma de las plantas en forma concentrada y son típicamente líquidos muy viscosos o sustancias semisólidas. Tienen uso en las industrias de alimentos y de medicamentos, sustituyendo las plantas secas o las tinturas. Las oleorresinas contienen aceites esenciales, aceites fijos, colorante y principios activos de las plantas.

#### **2.2.1.1. Composición química de las oleorresinas**

Las oleorresinas son líquidos naturales extraídos de especias o extractos herbales que contienen compuestos volátiles y no volátiles los cuales caracterizan el sabor, color y aroma de materias primas naturales. Las oleorresinas son exudados compuestos principalmente por constituyentes volátiles y resinosos. Los bálsamos son oleorresinas caracterizadas por su alto contenido en compuestos benzoicos o cinámicos.

Las oleorresinas son extractos de naturaleza oleosa, obtenidos de especias o diferentes plantas que proporcionan a los productos color, sabor, según las necesidades del cliente. Son productos líquido, o casi líquido, formado por resinas disueltas en aceites, y procedente de diversas plantas.

Las oleorresinas se obtienen de especias por medio de una extracción con disolventes orgánicos que después se eliminan por destilación, el producto resultante es un líquido que contiene una mezcla de los compuestos volátiles y no volátiles de la materia prima, aun cuando no se extraen todos los responsables del aroma.

Las oleorresinas son muy viscosas y coloreadas y se usan en concentraciones muy bajas, normalmente de 5 a 10 % con respecto a la especie de donde se extraen.

Una de las ventajas de obtener oleorresinas es evitar los inconvenientes de las pérdidas de color del fruto seco, aumentando su poder colorante. Además las oleorresinas muestran una gran estabilidad a altas temperaturas y tienen características de sabor mas semejantes a la especia seca natural que el correspondiente aceite esencial.

Se componen principalmente de aceite esencial, resinas orgánicas solubles y otros materiales relacionados con la especie original como ácidos grasos no volátiles.

La cantidad de aceite graso presente depende de la materia prima así como del tipo de solvente utilizado. Las semillas de especias producen más aceite grasos que las demás partes de la planta.

Los compuestos no volátiles, como los que contribuyen al olor fuerte y picante de la pimienta negra, son iguales de importantes que los aceites esenciales volátiles, si lo que se desea es un sabor completo a pimienta negra.

Los compuestos deben de estar en la misma proporción en la que están en la especie original.

Las resinas y los aceites grasos actúan como conectores naturales de los compuestos más volátiles del aceite esencial.

Las oleorresinas están formadas por los siguientes compuestos:

- Esteres: principalmente de ácido benzoico, acético, salicílico y cinámico
- Alcoholes: linalol, geraniol, citronelol, terpinol mentol, borneol
- Aldehídos: citral, citronela, bezaldehído, cinamaldehído, aldehído cumínico, vainilla
- Ácidos: benzoico, cinámico, mirístico, isovalérico todos en estado libre
- Fenoles: eugenol, timol, carvacrol
- Cetonas: carvona, mentona, pulegona, irona, fenchona, tujona, alcanfor, metilnonil cetona, metil heptenona
- Éteres: cíñelo, éter interno (eucaliptol), acetol, safrol
- Lactosas: cumarina
- Terpenos: canfeno, pineno, limoneno, felandreno, cedreno
- Hidrocarburos: cimeno, estireno (feniletileno)

### **2.2.1.2. Factores que afectan el rendimiento de la obtención de oleorresinas**

Entre los factores que intervienen directamente en el rendimiento de la producción de aceites esenciales crudos se pueden enumerar los siguientes:

- Tipo de materia prima: se refiere a las características genéticas de la planta, ya que existe diferencia aún dentro de las diferentes familias; además la materia prima también está influida por el lugar y la época de producción, por la maduración o edad de la planta, de las hojas y por la limpieza en el corte, enfermedades de la planta, etc.
- Tiempo de secado: dependiendo de este tiempo de secado, la planta tendrá más o menos cantidad de agua por lo que el rendimiento se ve influido.
- Tamaño de partícula: el área de transferencia y la cantidad de compartimientos abiertos depende de ese factor, así como el flujo de vapor en los métodos de arrastre con vapor.
- Tiempo de extracción: se refiere al tiempo del proceso de extracción, en el cual el aceite de la planta es extraído gradualmente.
- Método de extracción: se refiere al tipo de método utilizado.
- Características de los flujos: se refiere a la cantidad de materia prima utilizada, el volumen y la pureza del solvente utilizado, la cantidad de agua o vapor utilizado, su temperatura y presión.

### 2.2.2. Aceites esenciales

Los aceites esenciales son las fracciones líquidas volátiles generalmente destilables por arrastre con vapor de agua, que contienen las sustancias responsables del aroma de las plantas y que son importantes en la industria cosmética (perfumes y aromatizantes), de alimentos (condimentos y saborizantes) y farmacéutica (saborizantes).

El aceite esencial dentro de la planta se encuentra confinado en un tejido al cual se le denomina micela. Los aceites esenciales, generalmente son mezclas complejas de hasta más de 100 componentes que pueden ser:

- Compuestos alifáticos de bajo peso molecular (alcanos, alcoholes, aldehídos, cetonas, ésteres y ácidos)
- Monoterpenos
- Sesquiterpenos
- Fenilpropanos

Figura 6. **Aceites Esenciales**



Fuente: [guiadebellezaysalud.net](http://guiadebellezaysalud.net).

En su mayoría son de olor agradable, aunque existen algunos de olor relativamente desagradable como por ejemplo los de ajo y la cebolla, los cuales contienen compuestos azufrados.

Los aceites esenciales se clasifican con base en diferentes criterios: consistencia, origen y naturaleza química de los componentes mayoritarios.

De acuerdo a su consistencia los aceites esenciales se clasifican en:

- Esencias fluidas: son líquidos volátiles a temperatura ambiente;
- Bálsamos: son de consistencia más espesa, son poco volátiles y propensos a sufrir reacciones de polimerización;
- Oleorresinas.

De acuerdo a su origen los aceites esenciales se clasifican como:

- Naturales: se obtienen directamente de la planta y no sufre modificaciones físicas ni químicas posteriores, debido a su rendimiento tan bajo son muy costosas.
- Artificiales: se obtienen a través de procesos de enriquecimiento de la misma esencia con uno o varios de sus componentes, por ejemplo, la mezcla de esencias de rosas, geranios y jazmínes enriquecidas con linalool, o la esencia de anís enriquecida con acetol.
- Sintéticos: como su nombre lo indica son los productos por la combinación de sus componentes los cuales son la mayoría de las veces producidas por procesos de síntesis química.

Desde el punto de vista químico y a pesar de su composición compleja con diferentes tipos de sustancias, los aceites esenciales se pueden clasificar de acuerdo con el tipo de sustancias que son los componentes mayoritarios. Según esto los aceites esenciales se denominan:

- Aceites esenciales monoterpenoides: ricos en monoterpenos como la hierbabuena, albahaca, salvia, etc
- Aceites esenciales sesquiterpenoides: ricos en sesquiterpenos como la copaiba, pino, junípero, etc
- Aceites esenciales fenilpropanoides: ricos en fenilpropanos como el clavo, canela, anís, etc

### **2.2.3. Aceites fijos**

El aceite fijo se obtiene de ciertas plantas que, a diferencia de los aceites esenciales, son grasos, densos y no volátiles. Los aceites fijos y las grasas son mezclas de ésteres de glicerilos, de los llamados ácidos grasos superiores, es decir ácidos alifáticos de alto peso molecular, en especial palmítico, esteárico y oleico. Los ésteres de glicerilos son con frecuencia llamados glicéridos.

La diferencia de consistencia entre el aceite fijo y las grasas se debe a la diferencia de proporciones relativas de ésteres de glicerilo líquido y sólido. Los aceites fijos contienen una proporción grande de ésteres de glicerilos líquidos (poli-insaturados), como oleatos de glicerilo, mientras que las grasas son relativamente ricas en glicerilos sólidos (poli-saturados) como estearato de glicerilo. La cromatografía gaseosa es un medio útil para identificar aceites fijos. Hay muchos métodos cromatográficos que separan los ácidos grasos libres o los metil-ésteres de los ácidos grasos, y de su diseño cromatográfico se puede deducir la identidad del aceite fijo.

Tanto los aceites fijos como las grasas son poco solubles en agua, y se disuelven con facilidad en solventes orgánicos como éter, cloroformo y algunos otros solventes orgánicos no miscibles en agua.

#### **2.2.4. Lípidos**

Los lípidos constituyen un grupo de biomoléculas estructuralmente muy heterogéneo, pero con características comunes de solubilidad; es decir, son poco o nada solubles en agua, pero solubles en disolventes orgánicos (éter, benceno, cloroformo, etc.). La mayor parte de los lípidos constituyen los aceites y grasas, que suelen ser productos de reserva y protección en el ser vivo.

La mencionada heterogeneidad estructural de los lípidos dificulta cualquier clasificación sistemática. Aunque rara vez se hallan en estado libre, los llamados ácidos grasos –ácidos carboxílicos de cadena larga- forman parte de la inmensa mayoría de los lípidos. Así, los lípidos incluyen grasas, aceites, ceras y compuestos relacionados.

Los lípidos son constituyentes importantes en la alimentación no sólo por su elevado valor energético, sino también por las vitaminas liposolubles y los ácidos grasos esenciales contenidos en la grasa de los alimentos naturales.

Los lípidos cumplen funciones diversas en los organismos vivos, entre ellas la de reserva energética (triglicéridos), la estructural (fosfolípidos de las bicapas) y la reguladora (esteroides).

Los lípidos se pueden clasificar en dos grandes grupos:

- Lípidos relacionados con ácidos grasos
- Lípidos no relacionados con ácidos grasos

#### **2.2.4.1. Ácidos grasos**

Un ácido graso es una biomolécula orgánica de naturaleza lipídica, y son ácidos carboxílicos de cadena larga. Los ácidos grasos se hallan normalmente formando parte de otros lípidos, casi siempre por medio de enlaces éster, y rara vez amida. Según la naturaleza de la cadena carbonada, los ácidos grasos pueden ser:

- Saturados
- Insaturados
- Lineales
- Ramificados
- Alicíclicos

Los ácidos grasos constan de una cadena alquílica con un grupo carboxil ( $-\text{COOH}$ ) terminal; la fórmula básica de una molécula completamente saturada es  $\text{CH}_3-(\text{CH}_2)_n-\text{COOH}$ . Los ácidos grasos de los mamíferos tienen estructuras relativamente sencillas, pero los de otros organismos pueden ser muy complejos, con anillos ciclopropano o abundantes ramificaciones. Los ácidos grasos comunes en los seres vivos tienen un número par de átomos de carbono, aunque algunos organismos sintetizan ácidos grasos con un número impar de carbonos.

Los ácidos grasos son moléculas anfipáticas, es decir, tienen una región apolar hidrófoba (la cadena hidrocarbonada) que repele el agua y una región polar hidrófila (el extremo carboxílico) que interactúa con el agua. Los ácidos grasos de cadena corta son más solubles que los ácidos grasos de cadena larga porque la región hidrófoba es más corta.

Los ácidos grasos saturados, en estado sólido, adoptan la conformación alternada todo-anti, que da un máximo de simetría al cristal, por lo que los puntos de fusión son elevados (C18:0; 72°). La simetría no es tan perfecta en los ácidos de número impar, y los puntos de fusión son algo más bajos, así (C17:0; 62° y 19:0; 69°). Los dobles enlaces en trans distorsionan poco la simetría cristalina, mientras que los dobles enlaces en cis producen alteraciones importantes, lo que se refleja en los puntos de fusión

El pKa de los ácidos grasos se sitúa en torno a 4.8. Por ello, en medio alcalino, la disociación es completa. Las sales de los ácidos grasos se llaman jabones, y debido a la polaridad del anión carboxilato son muy miscibles con el agua, especialmente los jabones de metales alcalinos.

La determinación analítica de los ácidos grasos se lleva a cabo por cromatografía en fase gaseosa, previa formación de sus ésteres metílicos, más volátiles y más inertes que los ácidos libres.

Los ácidos grasos más abundantes son, con gran diferencia, los ácidos grasos lineales con número par de átomos de carbono, generalmente superior a 12 e inferior a 24. También son frecuentes las cadenas insaturadas con enlaces dobles en cis, como el oleico o el linoleico.

Tabla III. Principales ácidos grasos

Nombre trivial	Átomos de carbono	Estructura	Punto de fusión (°C)
<i>Ácidos grasos saturados</i>			
Ácido láurico	12	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COOH}$	44,2
Mirístico	14	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{12}\text{COOH}$	54,0
Palmítico	16	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{14}\text{COOH}$	63,0
Estearico	18	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{16}\text{COOH}$	69,6
Araquídico	20	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{18}\text{COOH}$	76,5
Lignocérico	24	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{22}\text{COOH}$	86,0
<i>Ácidos grasos insaturados</i>			
Palmitoleico	16	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_5\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	- 0,5
Oleico	18	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_7\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	13,4
Linoleico	18	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	- 3
Linolénico	18	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_7\text{COOH}$	-11
Araquidónico	20	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_4\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CHCH}_2\text{CH}=\text{CH}(\text{CH}_2)_3\text{COOH}$	-49,5

Fuente: bionova.org.es.

#### 2.2.4.2. Lípidos relacionados con ácidos grasos

En este apartado se incluyen los lípidos que, por hidrólisis, liberan ácidos grasos o productos emparentados metabólicamente con los ácidos grasos.

##### 2.2.4.2.1. Alcoholes superiores y ceras

Por reducción de los ácidos grasos se obtienen alcoholes monohidroxílicos de cadena larga. Así, del ácido palmítico se obtiene el hexadecanol. Los alcoholes superiores se encuentran en la naturaleza formando éteres con glicerol o ésteres con ácidos grasos.

Estos ésteres se llaman ceras, y dan su carácter hidrofóbico a tegumentos de animales y plantas. Algunas otras ceras de interés biológico serán tratadas en relación con los lípidos esteroideos.

#### **2.2.4.2.2. Glicéridos simples**

Son lípidos que constan de ácidos, aldehídos o alcoholes grasos y glicerol. Con gran diferencia, los más abundantes contienen ácidos grasos unidos al glicerol por enlaces éster. Según el número de hidroxilos sustituidos en el glicerol se distinguen los monoacilgliceroles (escasos), diacilgliceroles (más frecuentes) y triacilgliceroles (los más abundantes). Los ácidos grasos esterificados con un glicerol pueden ser iguales entre sí, aunque lo más común es que sean diferentes. Los aceites y grasas naturales están compuestos básicamente por mezclas complejas de triacilgliceroles, con cantidades menores de otros lípidos.

Los aceites y grasas se diferencian sólo por sus propiedades físicas: se consideran grasas las mezclas lipídicas que permanecen sólidas a la temperatura ambiente, y aceites las que, en las mismas condiciones, se hallan en estado líquido. Ya quedó señalado que la fluidez de una mezcla lipídica viene determinada por la naturaleza de los ácidos grasos integrantes.

Los ácidos grasos esterificados con un glicerol pueden ser iguales entre sí, aunque lo más común es que sean diferentes. Los aceites y grasas naturales están compuestos básicamente por mezclas complejas de triacilgliceroles, con cantidades menores de otros lípidos.

### **2.2.4.2.3. Fosfoglicéridos**

Son lípidos más polares que los glicéridos simples porque contienen algunos componentes hidrofílicos. La estructura de la molécula es tal que se distinguen una parte hidrofílica y otra hidrofóbica, bien diferenciadas. Además de este carácter antipático, en la parte polar pueden coexistir la carga eléctrica negativa del fosfórico y la carga positiva de un amonio total o parcialmente sustituido, constituyendo un ion eléctrico mixto (+-) o zwitter ion. Debido a esta estructura doblemente bipolar, los fosfoglicéridos en medio acuoso forman espontáneamente dispersiones coloidales altamente organizadas.

Los fosfoglicéridos son los lípidos característicos de las membranas biológicas, y constan de un 1,2-diacilglicerol cuyo -OH en C3 se halla esterificado con un ácido fosfórico.

Los fosfoglicéridos, como los demás lípidos, son solubles en disolventes orgánicos (éter, cloroformo, etc.) aunque se distinguen de los lípidos menos polares por su escasa solubilidad en acetona fría, lo que permite su precipitación selectiva. Para la separación de las distintas clases de fosfolípidos entre sí, como, en general, para separar mezclas lipídicas, se recurre a la cromatografía en fase gaseosa, permite estudiar la distribución específica de ácidos grasos en cada clase de fosfoglicérido.

#### **2.2.4.2.4. Fosfoesfingolípidos**

Los fosfoesfingolípidos son esfingolípidos con un grupo fosfato, tienen una arquitectura molecular y unas propiedades similares a los fosfoglicéridos. No obstante, no contienen glicerol, sino esfingosina, un aminoalcohol de cadena larga al que se unen un ácido graso, conjunto conocido con el nombre de ceramida; a dicho conjunto se le une un grupo fosfato y a éste un aminoalcohol; el más abundante es la esfingomielina, en la que el ácido graso es el ácido lignocérico y el aminoalcohol la colina; es el componente principal de la vaina de mielina que recubre los axones de las neuronas.

#### **2.2.4.2.5. Esfingenina, cerámidos y esfingofosfolípidos**

En algunos lípidos que contienen estructuras análogas a los diacilglicerol, una de las cadenas apolares no procede de un ácido graso, o derivado suyo por reducción, sino que forma parte de la llamada esfingenina (tradicionalmente esfingosina), que químicamente corresponde al trans-(2S,3R)-2-amino-octadeca-4-en-1,3-diol. Se comprueba fácilmente que esta molécula anfipática tiene gran analogía estructural con un monoacilglicerol, pues una larga cadena hidrofóbica de quince carbonos está unida a un extremo polar de tres carbonos, con dos funciones hidroxilo y una amina.

En la naturaleza, la esfingenina se presenta unida a un ácido graso mediante un enlace amida. Esta estructura se conoce con el nombre de cerámido, y su analogía formal con un diacilglicerol es manifiesta, pues contiene dos cadenas hidrofóbicas largas y un residuo polar tricarbonado, análogo al glicerol.

Los lípidos que contienen cerámidos se pueden clasificar en dos grupos:

- Esfingofosfolípidos
- Esfingoglicolípidos

Los esfingofosfolípidos más abundantes son análogos estructurales de la fosfatidilcolina y fosfatidiletanolamina, y reciben por su localización el nombre genérico de esfingomielinas (ceramidofosforilcolina o ceramidofosforiletanolamina).

Los esfingofosfolípidos tienen propiedades físicas y químicas muy similares a los fosfoglicéridos correspondientes. Los esfingoglicolípidos merecen capítulo aparte por su complejidad estructural.

#### **2.2.4.2.6. Esfingoglicolípidos**

Son lípidos complejos formados por un cerpamido y un mono- u oligosacárido, unidos por enlace glicosídico. El cerámido suele contener un ácido graso de cadena muy larga, como lignocérico, nervónico o cerebrónico. Los esfingoglicolípidos se suelen clasificar en cerebrósidos y gangliósidos.

#### **2.2.4.2.7. Prostaglandinas**

Una clase de lípidos, emparentada metabólicamente con los ácidos grasos, es la de las prostanglandinas. Químicamente se consideran derivados de un hipotético ácido prostanoico, de 20 átomos de carbono, con un anillo pentagonal entre C8 y C12.

Las prostaglandinas se encuentran en cantidades catalíticas en numerosos tejidos animales, donde son sintetizadas a partir de ácidos grasos poliinsaturados, que, a su vez, provienen obligatoriamente de la dieta. Su papel fisiológico parece relacionado con la acción hormonal.

#### **2.2.4.3. Lípidos no relacionados con ácidos grasos**

Se trata de un grupo heterogéneo de biomoléculas que se encuentran en mayor o menor cantidad en todos los seres vivos, y a veces poseen gran actividad biológica como es el caso de las hormonas esteroideas. Son lípidos en general poco polares, en lo que se asemejan a los triacilgliceroles, y, como ellos, no precipitan con la acetona fría. Unos se pueden considerar derivados por condensación del isopreno (lípidos isoprenoides). Los lípidos isoprenoides se pueden dividir, con fines didácticos, en tres grupos: terpenoides, carotenoides y esteroides. Existen otros lípidos no relacionados con ácidos grasos, que no están emparentados estructuralmente con el isopreno, entre éstos se incluyen los hidrocarburos y los lípidos pirrólicos.

##### **2.2.4.3.1. Terpenoides**

Suelen incluirse en este grupo moléculas formadas por condensación de unas pocas unidades de isopreno. Son frecuentes en los aceites esenciales de plantas. Químicamente, la mayoría son hidrocarburos (pineno, limoneno, cannabinoides), aunque algunos contienen funciones oxidadas (alcanfor). A este último grupo pertenecen algunos terpenoides de interés fisiológico por su carácter de vitaminas o coenzimas como el retinol (vitamina A), el  $\alpha$ -tocoferol (vitamina E), la vitamina K y el coenzima Q.

#### **2.2.4.3.2. Carotenoides**

Son derivados octaprenoides que constituyen multitud de pigmentos vegetales, como los de la zanahoria ( $\beta$ -caroteno) o el tomate (cantaxantina). El  $\beta$ -caroteno es un precursor de la vitamina A. En los animales, los carotenoides se almacenan en el panículo adiposo, con lo que la piel queda coloreada. Por ello, la cantaxantina se utiliza como cosmético, bronceador, de administración oral.

#### **2.2.4.3.3. Esteroides**

Son lípidos isoprenoides relacionados estructuralmente con el anillo ciclopentanoperhidrofenantreno, llamado también esterado. Los esteroides contienen esta estructura fundamental en diversos grados de dehidrogenación, y con diversas cadenas laterales y grupos funcionales sustituyentes (hidroxilo, oxo y carboxilo).

La existencia de cuatro anillos condensados determina múltiples posibilidades de isomería cis-trans. La actividad biológica de estos compuestos está muy vinculada a su estructura espacial específica.

Atendiendo a sus funciones biológicas se distinguen tres grupos fundamentales de esteroides: esteroides, sales biliares y hormonas esteroideas.

#### **2.2.4.3.4. Esteroides**

Son los esteroides más abundantes. Estructuralmente se derivan del colestano. Se caracterizan por poseer al menos un grupo hidroxilo, situado en C3 y un mínimo de 27 carbonos.

Los más importantes son el colesterol en el reino animal, y el ergosterol en el vegetal. Los esteroides se hallan en las membranas biológicas, modificando su fluidez de modo considerable. También se hallan en los lípidos de reserva, frecuentemente esterificados a ácidos grasos (ceras esteroideas).

#### **2.2.4.3.5. Ácidos y sales biliares**

Los ácidos biliares son esteroides cuya estructura básica es el hidrocarburo colano, de 24 átomos de carbono, con los anillos A y B en posición cis. Aunque parezca paradójico, las sales biliares no son las sales de los ácidos biliares. Los ácidos biliares, por conjugación con los aminoácidos glicina o taurina, forman los correspondientes ácidos glicocólicos y taurocólicos. Las sales (sódicas, potásicas, etc.) de estos ácidos glicocólicos y taurocólicos son las llamadas sales biliares.

La especial configuración cis de los anillos A-B divide a la molécula en dos partes, una superior hidrofóbica y otra inferior hidrofílica. Esta estructura anfipática confiere a las moléculas de las sales biliares su típico carácter detergente, es decir, su capacidad de emulsionar grasas.

#### **2.2.4.3.6. Hormonas esteroideas**

Un grupo importante de sustancias esteroideas se caracteriza por su función hormonal, es decir, que son sustancias producidas por glándulas endocrinas. Funcionalmente se suelen distinguir cuatro familias de hormonas esteroideas: dos derivadas del pregnano, de 21 átomos de carbono (gestáneos y corticoides); una derivada del androstano, de 19 átomos de carbono (andrógenos), y otra del estrano, de 18 carbonos (estrógenos).

### **2.3. Materia prima**

Se define como materia prima todos los elementos que se incluyen en la elaboración de un producto. La materia prima es todo aquel elemento que se transforma e incorpora en un producto final. Un producto terminado tiene incluido una serie de elementos y subproductos, que mediante un proceso de transformación permitieron la confección del producto final.

La materia prima es utilizada principalmente en las empresas industriales que son las que fabrican un producto. Las empresas comerciales manejan mercancías, son las encargadas de comercializar los productos que las empresas industriales fabrican.

La materia prima debe ser perfectamente identificable y medible, para poder determinar tanto el costo final de producto como su composición.

En el manejo de los Inventarios, que bien pueden ser inventarios de materias primas, inventarios de productos en proceso e inventarios de productos terminados, se debe tener especial cuidado en aspectos como por ejemplo su almacenamiento, su transporte, su proceso mismo de adquisición, etc.

### **2.3.1. Cultivos de materia prima**

El establecimiento de un cultivo de plantas medicinales se recomienda cuando:

- Existen pocas plantas nativas
- Las plantas nativas tienen una distribución muy dispersa
- Las plantas nativas son inaccesibles
- Hay necesidad de mejorar el contenido de los principios activos
- Solamente una especie presenta alto contenido de constituyentes de interés
- El cultivo produce una mayor productividad y mayor contenido de los constituyentes de la planta

El establecimiento de un cultivo de plantas medicinales puede involucrar la domesticación de las especies nativas de la región que tienen uso en la medicina popular y que poseen una acción farmacológica confirmada en estudios científicos, puede involucrar también, la introducción y la aclimatación de plantas exóticas, con acción en otros continentes.

El seguimiento fotoquímico tiene como base el análisis cualitativo y cuantitativo de los principios activos de la planta y la detección de sustancias indeseables.

En un cultivo de plantas medicinales lo más importante es la cantidad de principios activos presentes en la planta, o sea que la productividad es medida multiplicando la cantidad de materia vegetal producido por el contenido de los principios activos y expresando el resultado en cantidad de principios activos producidos por unidad de área.

### **2.3.2. Recolección**

Para cada planta medicinal existe un momento adecuado para realizar su recolección. La determinación de los principios activos permite establecer con exactitud el tiempo correcto de la recolección. Sin embargo, para las plantas cuyos principios activos todavía no se conocen, pueden aplicarse algunas reglas generales.

Una buena planificación contribuye en gran parte al éxito de las expediciones de recolección de semillas, lo cual influirá directamente en la utilidad de las colecciones. Incluye tanto la planificación técnica como la preparación logística para la expedición. Para ello se requiere recopilar y analizar información geográfica, de clima, accesibilidad y por supuesto distribución geográfica de las plantas priorizadas.

La estrategia de recolección de semillas debería claramente sustentarse en los propósitos para los cuales el material será usado. Aunque, las muestras de semillas de alta calidad pueden servir para múltiples propósitos, la elección de la región de recolección, las especies prioritarias y las poblaciones de las que se hará muestreos, variará entre proyectos dependiendo del uso que se le quiere dar a los materiales recolectados.

Los períodos de sequía y de lluvia influyen en el contenido de los principios activos. Por ejemplo, el contenido de los alcaloides disminuye después de las lluvias y el de los aceites esenciales aumenta. El contenido de los aceites esenciales disminuye después de la época seca. El contenido de los principios activos varía según el período del día.

### **2.3.3. Procesamiento pos-cosecha**

El procesamiento post-cosecha tiene como objetivo la conservación de las características físicas, químicas, organolépticas y farmacológicas de la materia prima vegetal. Un procesamiento post-cosecha inadecuado da como resultado una materia prima de baja calidad, con pérdida de principios activos, así como un aumento de la carga microbiana y una pésima presentación comercial. Las pérdidas de principios activos involucran:

- Degradación por procesos metabólicos
- Hidrólisis de los compuestos
- Descomposición por la luz
- Descomposición enzimática
- Degradación de las sustancias termolábiles debido al calor
- Volatilización de los aceites esenciales
- Contaminación por hongos y bacterias

La etapa más importante del procesamiento post-cosecha es, sin duda, el secado. La industria utiliza plantas secas, lo cual facilita su conservación por períodos de tiempo prolongados.

El secado interrumpe los procesos de degradación causados por enzimas o fermentos, impide el desarrollo de microorganismos y las reacciones de oxidación de hidrólisis. Sin embargo, como este proceso involucra calor, pueden presentarse pérdidas de aceites esenciales y de sustancias volátiles, así como el riesgo de degradación de las sustancias termolábiles.

La mayoría de las plantas medicinales pueden ser secadas a temperaturas que varían entre 30 y 60 °C. Las plantas que contienen aceites esenciales o sustancias volátiles deben ser secadas a temperaturas inferiores a 40°C. Debe garantizarse una buena circulación de aire para facilitar el proceso de secado.

El proceso de secado puede ser realizado al sol o sombra, extendiendo la planta en capas finas, en una superficie limpia. Sin embargo, este proceso no permite un control de la temperatura. Los mejores resultados se obtienen cuando se utilizan secadores solares o secadores que operan con aire caliente.

#### **2.3.4. Almacenamiento**

Aunque los cuidados durante los procesos de recolección y secado hayan sido muy grandes, las plantas pierden principios activos por degradación durante el almacenamiento. La conservación de la materia prima vegetal por períodos prolongados de tiempo depende de las condiciones de almacenamiento; las condiciones apropiadas impiden que el producto tenga contacto con el sol, el polvo, los roedores y los insectos y otros factores de degradación impidiendo la pérdida de principios volátiles.

Las condiciones de temperatura, humedad y ventilación son muy importantes para conservar en buen estado los ingredientes, sin embargo estas pueden variar de acuerdo al tipo de materia prima de que se trate (granos, harinas, ingredientes líquidos o con alto contenido de humedad como forrajes y otros productos); a la presentación (en sacos, pacas o a granel); y el tiempo durante el cual van a estar almacenados.

Lo más común es utilizar silos para almacenar los productos, estos pueden variar en cuanto a su forma y su capacidad, sin embargo es importante que estén completamente cerrados, para evitar la entrada de aves, roedores y otros animales no deseables.

Las paredes deben ser lisas para evitar que los alimentos se peguen a las paredes y permanezcan dentro del silo al ser vaciado, produciendo así contaminaciones del nuevo producto. Lo más adecuado es que los silos sean llenados por la parte superior y la descarga sea por la parte inferior, esto evitará que alguna parte del lote permanezca dentro del silo más tiempo ya que lo primero en entrar es lo primero en salir. Otra forma de almacenar los ingredientes es en bodegas, sobre todo cuando estos se encuentra en sacos, costales o pacas.

### **2.3.5. Molienda**

La molienda tiene como objetivo la disminución del tamaño de las partículas de la materia prima vegetal para adecuarla a la etapa siguiente del proceso de extracción. La extracción de una materia prima entera o dividida en fragmentos gruesos sería incompleta, debido a la pobre penetración del solvente en el tejido vegetal, y sería igualmente muy lenta, una vez que las membranas celulares actúan como verdaderas barreras que dificultan el proceso de extracción. En el caso de la materia prima previamente dividida, tales membranas se encuentran parcialmente destruidas, lo que facilita la disolución de los constituyentes celulares en el líquido externo. Sin embargo, la división excesiva, con formación de polvos muy finos, puede causar problemas en el transcurso de la extracción.

El proceso de molienda es precedido de la selección para aislar las impurezas. En esta operación se separan manualmente los materiales extraños. La materia prima molida se clasifica de acuerdo con el tamaño de las partículas, el cual debe ser adecuado para el proceso de extracción.

#### 2.4. Proceso de extracción

En química, la extracción es un procedimiento de separación de una sustancia que puede disolverse en dos disolventes no miscibles entre sí, con distinto grado de solubilidad y que están en contacto a través de una interfase. La relación de las concentraciones de dicha sustancia en cada uno de los disolventes, a una temperatura determinada, es constante. Esta constante se denomina coeficiente de reparto y puede expresarse como:

$$K = \frac{[sustancia]_1}{[sustancia]_2} \quad (\text{Ecu. 3})$$

Donde  $[sustancia]_1$  es la concentración de la sustancia que se pretende extraer, en el primer disolvente y, análogamente  $[sustancia]_2$  la concentración de la misma sustancia en el otro disolvente.

Con relativa frecuencia aparecen en el proceso de extracción emulsiones o interfases que impiden una correcta separación en el embudo de decantación de las capas de disolventes, casi siempre acuosa y orgánica. Este problema se da, especialmente, cuando se trata de extracciones con cloruro de metileno. Para solventar este problema es conveniente añadir unos mililitros de salmuera y agitar de nuevo. En la mayor parte de los casos se produce la separación de las fases sin problemas. El proceso tiene repercusión industrial y se emplea en extracción de aceites, grasas y pigmentos.

Durante el proceso de extracción ocurren dos fenómenos paralelos:

- La lixiviación de las sustancias solubles de células rotas
- La disolución y difusión de las sustancias solubles de células intactas

Mientras la lixiviación de las sustancias de las células rotas es rápida, la difusión de las sustancias a través de la membrana de células intactas es lenta y requiere etapas de humedecimiento y ablandamiento para aumentar la permeabilidad de la membrana. Este proceso comprende tres etapas: la penetración del solvente en la célula, la disolución de las sustancias extraíbles y la difusión de la solución fuera de la célula vegetal.

#### **2.4.1. Variables del proceso de extracción**

Las variables que interfieren en el proceso de extracción, independiente de la escala de producción o del tipo de producto final, son:

- Agitación
- Estado de división de la materia prima
- Tiempo de extracción
- Naturaleza del solvente
- Temperatura
- Ph

#### **2.4.1.1. Agitación**

La eficiencia del proceso extractivo es función del equilibrio de saturación del solvente. La agitación hace que nuevas cantidades de solvente, pobre en las sustancias extraíbles, entren en contacto con el sólido y un nuevo punto de equilibrio de saturación sea alcanzado. El movimiento del líquido, con ayuda de bombas para la recirculación del solvente o agitadores mecánicos, desplaza el equilibrio en el sentido de la saturación del solvente, aumentando la eficiencia del proceso.

#### **2.4.1.2. Estado de división de la materia prima**

Teóricamente, la eficiencia del proceso extractivo sería mayor cuanto menor sea el tamaño de las partículas, ya que así se obtiene una mayor área de contacto con el solvente. En la práctica, la presencia de partículas muy finas dificulta los procesos de percolación, pues se presenta compactación y formación de falsas vías, y los procesos de maceración, en donde las partículas pasan al extracto, haciendo necesaria la realización de la etapa adicional de filtración, la cual no siempre es de fácil ejecución.

Por otro lado, la penetración del solvente en fragmentos mayores de la materia prima es lenta y la salida de las sustancias extraíbles es difícil. Por esta razón, se recomienda la utilización de polvos moderadamente gruesos para la gran mayoría de las materias primas.

#### **2.4.1.3. Tiempo de extracción**

El tiempo de extracción se determina experimentalmente en función del solvente y del equipo seleccionado. Esta variable es resultante de todos los factores mencionados previamente. El tiempo de extracción debe ser suficiente para permitir la separación de los compuestos de interés, aunque se debe prestar cuidado para que no sea excesivo. Prolongar el tiempo de extracción más allá del estrictamente necesario, no influye en el proceso negativamente, pero sí influye en los costos del consumo de energía y de mano de obra no necesaria, lo que acarrea un encarecimiento del proceso industrial.

#### **2.4.1.4. Naturaleza del solvente**

Al definir la selectividad del solvente a emplear, el solvente óptimo será el que logre extraer un mayor rendimiento del compuesto de interés. Según los fines, el solvente utilizado extrae selectivamente o no, cierta clase de compuestos.

Entre los solventes generales, los más utilizados son los alcoholes alifáticos de hasta 3 carbonos o mezclas de éstos con el agua. Estos solventes logran extraer la gran mayoría de las sustancias naturales de interés como los alcaloides, los flavonoides, los glicósidos cardiotónicos y los terpenos. Debido a su poder extractivo, estos solventes son los indicados para los casos en que los constituyentes activos de las plantas no son bien conocidos, siendo necesario agotar completamente la materia prima.

#### **2.4.1.5. Temperatura**

La disolución de las sustancias extraíbles es facilitada por el aumento de la temperatura; de la misma manera que la agitación, la temperatura contribuye al desplazamiento de la constante de equilibrio de saturación y aumenta la eficiencia del proceso. Sin embargo, muchos principios activos son termolábiles y pueden ser destruidos, total o parcialmente, a temperaturas elevadas. El aumento de la temperatura también puede causar la pérdida de sustancias volátiles, como por ejemplo, los componentes de aceites esenciales.

#### **2.4.1.6. pH**

El pH influye en la solubilidad de diversos compuestos ya que permite la posibilidad de formación de sales. La obtención de alcaloides constituye un ejemplo clásico de la influencia del pH en el proceso de extracción.

#### **2.4.2. Solventes**

Debido a que la naturaleza de la oleorresina es determinada por el solvente utilizado para su extracción, es necesario realizar una revisión de los solventes utilizados para este fin. Estos pueden ser divididos en tres categorías:

- Solventes polares: contiene grupos hidroxilo- o carboxilo-. Estos son relativamente reactivos químicamente, una alta constante dieléctrica y es miscible con agua. Por ejemplo alcoholes y acetona.
- Solventes no polares: son químicamente inertes, tienen constantes dieléctricas bajas y son generalmente inmiscibles con agua.

- Hidrocarburos clorados: Que son solventes con bajos puntos de ebullición e inmiscibles en agua-

En el manejo de volúmenes altos de solventes, que es inherente con la producción comercial de oleorresinas, la toxicidad e inflamabilidad son de mayor importancia, particularmente si hay algún riesgo de una acumulación de vapores en las áreas de proceso. Los solventes clorados no inflamables tienen muchas ventajas en este aspecto, sin embargo son, generalmente, más tóxicos. Los operarios deben de estar al tanto de este riesgo a la salud en caso de una fuga de vapor en el sistema de extracción.

En los vegetales y las especies, el sabor es compuesto por componentes volátiles y no volátiles. Muchos de estos constituyentes son hidrofóbicos y son extraídos de mejor manera con solventes no polares como hidrocarburos; pero otros son hidrofílicos, estos son extraídos de mejor manera con solventes polares como la acetona. Tomando en cuenta la naturaleza de los metabolitos de la especia, se puede determinar cual es el solvente que dará el mejor rendimiento de los metabolitos secundarios. Los solventes polares disuelven una mayor variedad de sustancias que los solventes no polares. Los solventes utilizados comúnmente son acetona y etanol, ya que extraen una mayor cantidad de metabolitos; pero debido a que son altamente inflamables y deben de trabajarse en plantas especialmente diseñadas a prueba de chispas.

El hexano es un solvente muy eficiente para la extracción de aceites esenciales y otros componentes que no sean de naturaleza hidrofílica, sin embargo es altamente inflamable y representa un gran riesgo de incendio.

En la actualidad las oleorresinas son extraídas por hidrocarburos clorados, tales como el bicloruro de metileno.

Algunas de las mayores ventajas de este solvente es el bajo riesgo de incendio debido a la poca inflamabilidad del solvente, debido al bajo punto de ebullición es más sencilla la remoción de este en el extracto.

### 2.4.3. Procesos de extracción sólido-líquido

Los procesos de extracción varían en función de la escala de producción, de la naturaleza y calidad de la materia prima y de la naturaleza del solvente.

Tabla IV. **Clasificación de procesos de extracción sólido-líquido según resultados obtenidos**

Proporcionan equilibrio entre la concentración del soluto y el residuo	Lixiviación
	Maceración Estática
	Maceración Dinámica
La materia prima se agota completamente	Extracción por decocción
	Percolación
	Re-percolación
	Extracción en contra-corriente

Fuente: elaboración propia.

Los procesos de extracción pueden ser divididos en dos grupos:

- Procesos que dan como resultado un equilibrio de la concentración entre el soluto y el residuo
- Procesos que agotan completamente la materia prima

Los procesos que dan como resultado un equilibrio de la concentración son la maceración estática y la maceración dinámica. Los procesos que agotan completamente la materia prima son: la percolación, la repercolación y la extracción en contra corriente.

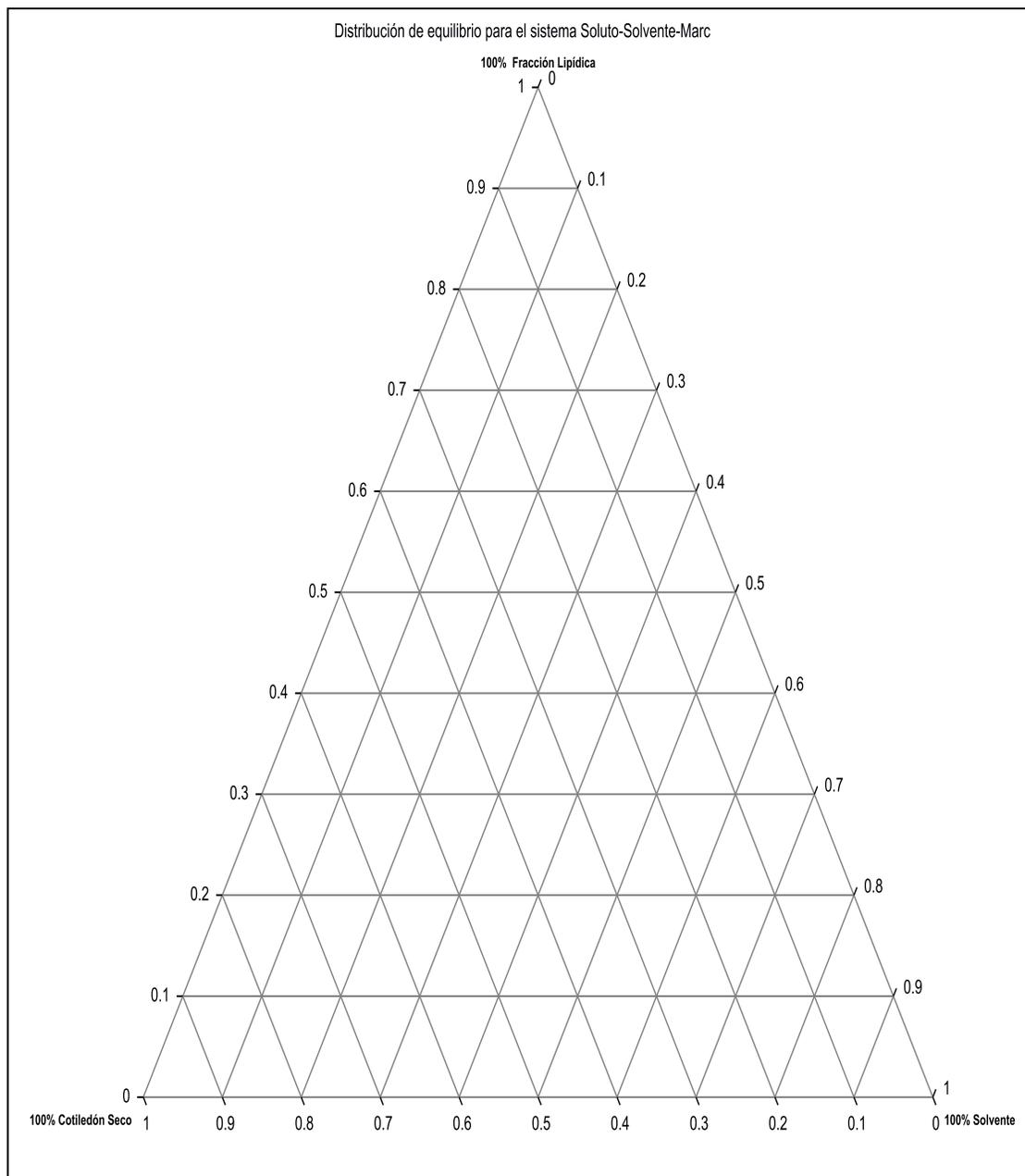
#### **2.4.3.1. Cálculos mediante representación gráfica en la extracción Sólido-Líquido**

La mayoría de representaciones gráficas en la extracción sólido-líquido es a través de sistemas ternarios, donde existen varios tipos de representaciones, algunos son:

- Triángulo equilátero
- Triángulo rectángulo
- Distribución de diagramas de equilibrio

A continuación se presenta un diagrama ternario para la lixiviación de materiales:

Figura 7. **Distribución de equilibrio para el sistema Soluto-Solvente**  
**Marc**



Fuente: prosim ternary diagram.

En el triángulo equilátero los vértices representan los componentes puros; sobre cada lado se representan las mezclas binarias de los componentes que se encuentran en los vértices correspondientes a ese lado y cualquier punto del interior representa una mezcla ternaria, de tal modo que la cantidad relativa de cada componente en la mezcla es proporcional a la distancia al lado opuesto  $a,b,c$ . Teniendo en cuenta que la suma de estas distancias es igual a la altura del triángulo, el cociente de cada una por la suma representará la cantidad relativa del componente respecto a la mezcla.

Por otra parte, como los segmentos  $a,b,c$  son proporcionales a los segmentos  $a',b',c'$  (paralelos a los lados del triángulo) y su suma es igual al lado del triángulo, se puede tomar con el mismo fin las medidas de los segmentos  $a',b',c'$  (paralelos a los lados del triángulo) y su suma es igual al lado del triángulo, se puede tomar con el mismo fin las medidas de los segmentos  $a',b',c'$ , con el lado unidad de longitud.

Las unidades de concentración empleadas en este diagrama suelen ser las fracciones en peso o las fracciones molares. En cualquier caso, la suma de concentraciones ha de ser constante para todas las composiciones. Las propiedades de este diagrama que le hacen tan útil para los cálculos de extracción son:

- Las mezclas cuyas composiciones corresponden a puntos sobre una recta paralela a un lado tienen concentración constante del componente situado en el vértice opuesto

- Todos los puntos del segmento que unen un vértice con un punto del lado opuesto representan mezclas de una misma relación constante entre las concentraciones de los componentes situados en los otros dos vértices.

En el triángulo rectángulo se presenta en abscisas la concentración, fracción molar o porcentaje en peso del componente B y en las ordenadas la composición del componente C. Las propiedades fundamentales son análogas a las de la representación en el triángulo equilátero y presenta la ventaja sobre el anterior de que pueden cambiarse las escalas de los ejes de abscisas y ordenadas.

Diagrama de distribución de equilibrio, en este diagrama rectangular se representa en abscisas la composición porcentual del soluto refinado y en ordenadas la composición porcentual de soluto en el extracto en equilibrio con aquel, tomando ambas composiciones de los extremos de las rectas de reparto. Este diagrama indica directamente la distribución del soluto en el extracto y en el refinado para todas las concentraciones y resulta de gran utilidad para estudiar comparativamente el empleo de distintos solventes en el proceso de extracción.

#### **2.4.3.2. Proceso de lixiviación**

La lixiviación es un proceso por el cual se extrae uno o varios solutos de un sólido, mediante la utilización de un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido.

Otra definición dice que es la eliminación de una fracción soluble, en forma de solución, a partir de una fase sólida permeable e insoluble a la cual está asociada.

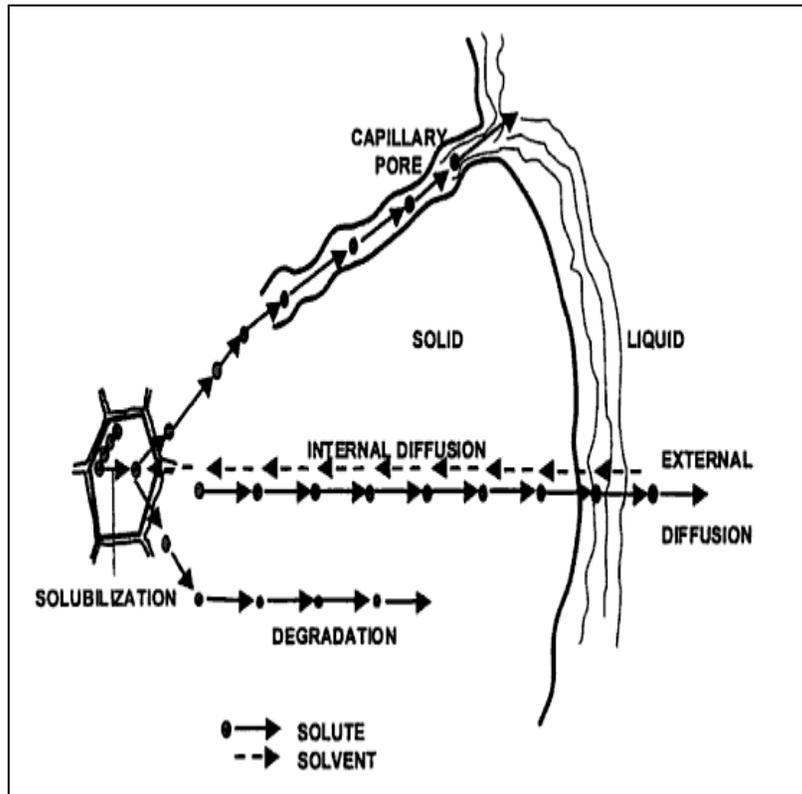
La separación implica, normalmente, la disolución selectiva, con difusión o sin ella, pero en el caso extremo del lavado simple, consiste sólo en el desplazamiento (con alguna mezcla) de un líquido intersticial por otro, con el que es miscible.

El constituyente soluble puede ser sólido o líquido y estar incorporado, combinado químicamente o adsorbido, o bien mantenido mecánicamente, en la estructura porosa del material insoluble.

El sólido insoluble puede ser másico y poroso; con mayor frecuencia es de partículas y estas últimas pueden ser poros abiertos, de celdas, con paredes celulares selectivamente permeables o con superficies activadas.

El mecanismo de la lixiviación puede incluir una solución física simple o la disolución facilitada por una reacción química. La velocidad de transporte de disolvente en la masa que se va a lixiviar o de la fracción soluble en el disolvente o de la solución de extracto del material insoluble, o alguna combinación de esas velocidades, pueden ser importantes. Es posible que exista una resistencia externa. Como el que una posible que exista una resistencia externa. Como el que una reacción química puede afectar a la velocidad de la lixiviación.

Figura 8. Lixiviación en materiales biológicos



Fuente: David Reynoso, Tesis 2009, p. 52

Ya que las corrientes de lodo y clarificado no son fases inmiscibles, sino corrientes basadas en el mismo disolvente, el concepto de equilibrio en lixiviación no es el mismo que el que se aplica en otras separaciones de transferencia de materia. Si el soluto no se adsorbe en el sólido inerte sólo se logra el equilibrio verdadero cuando todo el soluto se disuelve y se distribuye de forma uniforme en todo el disolvente, tanto en la corriente de lodos como la de clarificación (o cuando el disolvente se satura uniformemente con el soluto, situación que nunca se presenta en un equipo de extracción diseñado de forma adecuada). La interpretación práctica del equilibrio de lixiviación es el estado en que las corrientes de lodos y clarificado tienen la misma composición.

Los equipos de lixiviación se distinguen por el ciclo de operación (intermitente, continuo o intermitente de cargas múltiples), por la dirección de las diferentes corrientes (concurrente, a contracorriente o flujo híbrido), por el número de etapas (una única etapa, etapas múltiples o etapa diferencial) y por el método de contacto (percolación por pulverización, percolación por inmersión o dispersión de sólidos). En general, los anteriores descriptores catalogan cuatro categorías y deben consignarse para el establecimiento completo de un sistema de lixiviación.

Sea cual sea el mecanismo y el método de operación, resulta evidente que el proceso de la lixiviación estará favorecido por el aumento de la superficie por unidad de volumen de sólidos que se deben lixiviar y por la disminución de las distancias, en sentido radial, que se deben atravesar al interior de los sólidos, y la disminución del tamaño de las partículas contribuye a ambas cosas. Por otra parte, los sólidos finos provocan una velocidad lenta de percolación, dificultan la separación de sólidos y producen un sólido de mala calidad. Estas características establecen las bases para un tamaño óptimo de partículas.

Es a través de la clasificación mediante el tipo de contacto la que proporciona las dos categorías principales en las que se divide el equipo de lixiviación:

- Los que realizan la lixiviación por percolación
- Aquellos en que las partículas sólidas se dispersan en un líquido y, posteriormente, se separan de él

En cada una de esas clases existen unidades continuas y por cargas. Los materiales que se desintegran durante la lixiviación se tratan en los equipos de la segunda clase.

Algunos ejemplos de lixiviación son:

- El azúcar se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente
- Los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas, como los de soya y de algodón mediante la lixiviación con disolventes orgánicos
- La extracción de colorantes se realiza a partir de materias sólidas por lixiviación con alcohol o soda

Dentro de esta tiene una gran importancia en el ámbito de la metalurgia ya que se utiliza mayormente en la extracción de algunos minerales como oro, plata y cobre. También se utiliza en Tecnología Farmacéutica.

#### **2.4.3.2.1. Preparación de materiales orgánicos e inorgánicos**

El método de preparación del sólido depende en alto grado de los siguientes factores:

- La proporción del constituyente soluble presente
- De su distribución en el material sólido original
- De la naturaleza del sólido, que puede estar constituido por células vegetales o el material soluble estar totalmente rodeado por una matriz de materia insoluble
- Del tamaño de partícula original

Si la materia soluble está rodeada de una matriz de materia insoluble, el disolvente se debe difundir hacia el interior para ponerse en contacto y disolver el material soluble, y después difundirse hacia afuera. En estos casos se procede a una trituración y molienda previa de los materiales para aumentar la velocidad de lixiviación, pues de esta manera las porciones solubles quedan más accesibles a la acción del disolvente.

Si la sustancia soluble está en solución sólida o ampliamente distribuida en la totalidad del sólido, la acción de lixiviación del disolvente forma canales pequeños. Esto hace que el paso de disolvente adicional resulte más fácil, por lo cual se puede prescindir de la molienda a tamaños muy pequeños. La molienda de las partículas es innecesaria cuando el material soluble está disuelto en una solución adherida al sólido.

Los materiales biológicos tienen estructura celular y los constituyentes solubles suelen estar dentro de las células. En ocasiones, la velocidad de lixiviación es bastante baja, debido a que las paredes celulares constituyen una resistencia adicional a la difusión.

Si las paredes celulares permanecen intactas después de la exposición a un disolvente adecuado, entonces en la acción de lixiviación interviene la osmosis del soluto a través de las paredes celulares. Este puede ser un proceso lento. Sin embargo, moler el material lo suficientemente pequeño es poco práctico y algunas veces indeseable.

Para lixiviar productos farmacéuticos de hojas, tallos y raíces, el secado del material antes de la extracción ayuda a romper las paredes celulares. De esta manera, el disolvente ataca directamente al soluto.

#### **2.4.3.2.2. Velocidad de lixiviación**

En la lixiviación de materiales solubles del interior de una partícula por acción de un disolvente, el proceso general consiste en los siguientes pasos:

- El disolvente se transfiere del volumen de solución a la superficie del sólido
- Después, dicho disolvente penetra o se difunde en el sólido
- El soluto se disuelve en el disolvente
- Entonces, el soluto se difunde a través de la mezcla de sólido y disolvente hasta la superficie de la partícula
- Finalmente, el soluto se transfiere a la solución general

La velocidad de extracción es afectada por los siguientes factores:

- Temperatura
- Concentración del solvente
- Tamaño de las partículas
- Porosidad
- Agitación

En general, la velocidad de transferencia del disolvente de la solución general hasta la superficie del sólido es bastante rápida, y la velocidad hacia el interior del sólido puede ser rápida o lenta. Sin embargo, en la mayoría de los casos éstas no son las etapas que limitan la velocidad del proceso total en contacto con el disolvente; aun así, la disolución del soluto en el disolvente en el interior del sólido puede ser un simple proceso físico de disolución o una verdadera reacción química que libera al soluto para la disolución.

El conocimiento del proceso de disolución es bastante limitado y el mecanismo puede ser diferente en cada caso.

La velocidad de difusión del soluto a través del sólido, y la del disolvente hasta la superficie del sólido suelen ser la resistencia que controla el proceso global de lixiviación y dependen de diversos factores. Si el sólido está constituido por una estructura inerte porosa, con el soluto y el disolvente localizados en los poros del sólido, la difusión a través del sólido poroso se puede describir como una difusividad efectiva. En sustancias biológicas o naturales hay complejidades adicionales debido a la presencia de células.

#### **2.4.3.2.3. Temperatura de lixiviación**

Las temperaturas elevadas producen la mayor solubilidad del soluto en el disolvente y, en consecuencia, concentraciones finales mayores en el licor de lixiviación. A temperaturas elevadas la viscosidad del líquido es menor y mayores las difusividades; esto incrementa la rapidez de lixiviación.

Al aumentar la temperatura se aumenta la velocidad porque la solubilidad es mayor, el aumento de temperatura es muy usado en procesos de reacción química. La temperatura máxima para cada sistema está limitada por: el punto de ebullición del solvente, el punto de degradación del producto o del solvente, solubilidad de impurezas y por economía.

#### **2.4.3.2.4. Etapas de extracción**

La extracción puede llevarse a cabo en una única etapa o en etapas múltiples. Esto dependerá del equipo utilizado y de las condiciones del proceso.

En el equipo soxhlet, el mismo sistema permite la obtención de varias etapas, ya que el equipo continuamente se está drenando y volviendo a llenar.

Sin embargo en otro tipo de equipo como un tanque o recipiente cualquiera en el que se permite que ocurra la maceración, puede trabajarse solamente en una etapa o bien en etapas múltiples.

Pero en este último caso las diversas etapas no pueden lograrse automáticamente, sino que deberán conseguirse por medio del experimentador que deberá realizar la separación del sólido del líquido y la renovación del solvente continuamente para cada etapa. Entonces, en el caso de etapas múltiples, si interesa que el solvente llegue a saturación, no así en el caso de una etapa en el que este aspecto realmente no es relevante. Finalmente, para una única etapa el gradiente de concentración disminuye en función del tiempo y para etapas múltiples también, pero en este último caso el gradiente puede recuperarse gracias a la renovación del solvente.

#### **2.4.3.2.5. Lixiviación en materiales biológicos**

La extracción sólido-líquido es un proceso de separación afectado por un fluido envolviendo la transferencia de soluto de un sólido matriz a un solvente. Es una unidad de proceso utilizada extensivamente para obtener muchos componentes importantes de los alimentos: sacarosa de la caña, lípidos de las fracciones oleoginosas, proteínas en las fracciones oleoginosas, fitoquímicos de las plantas y muchos otros. La extracción sólido-líquido también puede ser usada para remover contaminantes indeseados y toxinas presentes en los alimentos.

Extracción sólido-líquido puede ser un nombre inapropiado ya que da la impresión de que la transferencia de masa ocurre en una interfaz clara entre un sólido seco y la fase líquida.

En la mayoría de extracciones en alimentos ya sea el sólido contiene naturalmente una fase líquida o se impregna por el líquido de extracción, por lo que la difusión en fase líquida en el interior del sólido es un mecanismo de transferencia de masa importante durante la lixiviación.

Desde un punto de vista de la ingeniería, la extracción sólido-líquido en los alimentos es multicomponente, multifásica y es una operación de estado inestable de transferencia de la materia. Esta involucra la transferencia de más de una especie química –el soluto- de un sólido a un solvente. El soluto es a veces mencionado como el extracto, cuando las especies químicas de la recuperación están mal definidas, como ocurre en la extracción de los fitoquímicos de las plantas.

Disolventes de uso habitual en la extracción de los componentes de los alimentos son: agua, etanol, hexano y dióxido de carbono. Pero la tendencia es hacia el uso de productos químicos naturales. Durante la extracción la concentración de solutos en el interior del sólido varía llevando así a la condición de no estacionario o inestable.

Una serie de pasos fenomenológicos tiene que ocurrir durante el período de interacción entre las partículas de soluto contenido y el solvente, afectando la separación. Estos incluyen:

- Entrada del solvente a el sólido
- Solubilización de los componentes
- Transporte del soluto al exterior del sólido

- La migración de los solutos extraídos de la superficie exterior del sólido en el seno de la disolución
- Movimientos del extracto con respecto al sólido
- Separación y descarga del extracto y el sólido

Como resultado de estos fenómenos, la extracción se realiza a una velocidad expresada en términos de unidad de tiempo o más comúnmente como el cambio en la concentración del soluto en el sólido/unidad de tiempo. Los alimentos son únicos es por eso que la microestructura del sólido juega un papel importante en la tasa y la calidad del proceso de extracción.

#### **2.4.3.3. Proceso de maceración**

La maceración es un proceso de extracción sólido-líquido. El producto sólido (materia prima) posee una serie de compuestos solubles en el líquido extractante que son los que se pretende extraer.

En general en la industria química se suele hablar de *extracciones*, mientras que cuando se trata de alimentos, hierbas y otros productos para consumo humano se emplea el término *maceración*. En este caso el agente extractante (la fase líquida) suele ser agua, pero también se emplean otros líquidos como vinagre, jugos, alcoholes o aceites aderezados con diversos ingredientes que modificarán las propiedades de extracción del medio líquido.

A veces el producto obtenido es el extracto propiamente dicho y otras el sólido sin los citados compuestos o incluso ambas partes, por ejemplo si extraemos cafeína del café, podemos emplear el café descafeinado para hacer una infusión tradicional y la cafeína para la confección de refrescos u otros usos.

La naturaleza de los compuestos extraídos depende de la materia prima empleada así como del líquido de maceración. En los casos en que se utilice el producto extraído se suele emplear una etapa de secado bien al sol, con calor o incluso una liofilización.

El proceso de maceración consiste en poner en contacto la materia prima y el solvente, durante cierto tiempo. Se trata de un proceso que da como resultado un equilibrio de concentración entre la materia prima y el solvente, y depende de factores que están unidos a la materia prima y al solvente.

El hinchamiento de la materia prima es factor importante, porque aumenta la permeabilidad de la pared celular y la difusión del solvente. La velocidad con que se obtiene el equilibrio está en función del tamaño de partícula de la materia prima molida, así como, del grado de hinchamiento de las células y de las propiedades del solvente, como por ejemplo, su viscosidad y polaridad.

El proceso clásico de maceración consiste en dejar la materia prima en contacto con el solvente durante varios días, con agitación ocasional. Este proceso, también conocido como maceración simple o estática, es sumamente lento. Para abreviar el tiempo de operación, la materia prima y el solvente deben mantenerse en movimiento constante. Este procedimiento es conocido como maceración dinámica. Tanto la maceración simple como la maceración dinámica pueden ser ejecutadas a una temperatura ambiente o a temperaturas más elevadas. En este último caso el procedimiento es conocido como digestión.

Este proceso es bastante utilizado para las preparaciones en pequeña escala; el uso industrial de la maceración se limita a la fabricación de extractos a partir de materias primas vegetales ricas en mucílagos.

Las materias primas que contienen mucílagos se hinchan, de manera tal que pueden aumentar hasta en 4 veces su volumen original y dificultan el paso del solvente, lo que contraindica el uso de procesos de percolación o extracción en contracorriente. La etapa final del proceso es el prensado o la centrifugación del residuo para la recuperación de la parte del extracto retenido en él.

Las grandes desventajas del proceso de maceración son la lentitud del proceso y el hecho de no ser posible alcanzar la extracción completa de la materia prima. Para disminuir las pérdidas del extracto en el residuo de la extracción, la operación de maceración (estática o dinámica) puede repetirse dos o tres veces.

#### **2.4.3.4. Proceso de percolación**

La percolación consiste en hacer pasar el solvente a través de la materia prima, hasta su extracción exhaustiva completa. La percolación simple, comprende la extracción exhaustiva de la materia prima con el solvente siempre renovado.

En pequeña escala, la percolación se realiza en aparatos, denominados percoladores, de cuerpo cilíndrico o cónico, provistos de un grifo en la parte inferior, para regular el flujo del solvente.

La percolación, en pequeña escala o en escala industrial, comprende una etapa preliminar de humedecimiento de la materia prima, fuera del cuerpo del percolador. Este procedimiento tiene como objetivo aumentar el contacto, facilitando el paso del solvente y no permitiendo la formación de falsas vías, que perjudican la eficiencia del proceso.

El humedecimiento de la materia prima aumenta la porosidad de la pared celular y facilita la difusión de las sustancias extraíbles hacia el exterior de las células. El humedecimiento debe ser realizado fuera del percolador, ya que la materia prima puede hincharse excesivamente, principalmente cuando el solvente es acuoso, y comprimirse contra las paredes del percolador, no permitiendo el paso del solvente.

La percolación simple presenta, como desventaja, el alto consumo de solvente. Por esta razón, en condiciones industriales, es preferible usar la técnica de la repercolación. La repercolación consiste en hacer recircular el mismo solvente a través de la materia prima, por medio de bombas. Este procedimiento aumenta el tiempo de contacto de la materia prima con el solvente y aumenta la eficiencia del proceso.

#### **2.4.3.5. Lixiviación con unidad de extracción Soxhlet**

La extracción con Soxhlet consiste básicamente en el lavado sucesivo de una mezcla sólida con un determinado solvente, que va “lavando o extrayendo” de la mezcla, los componentes más solubles en él. Mediante el lavado sucesivo de una mezcla, se pueden extraer de ella componentes cuya solubilidad en el solvente extractante es muy baja, debido al efecto acumulado de las múltiples extracciones.

La extracción Soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas:

- Colocación del solvente en un balón.
- Ebullición del solvente que se evapora hasta un condensador a reflujo.
- El condensado cae sobre un recipiente que contiene un cartucho poroso con la muestra en su interior.
- Ascenso del nivel del solvente cubriendo el cartucho hasta un punto en que se produce el reflujo que vuelve el solvente con el material extraído al balón.
- Se vuelve a producir este proceso la cantidad de veces necesaria para que la muestra quede agotada. Lo extraído se va concentrando en el balón del solvente.

La extracción Soxhlet se lleva a cabo con un extractor Soxhlet o simplemente Soxhlet, que está hecho de un tipo de material de vidrio utilizado para la extracción de compuestos, generalmente de naturaleza lipídica, contenidos en un sólido, a través de un solvente afín.

La descripción de este equipo de extracción es la siguiente: El condensador está provisto de una chaqueta de 100 mm de longitud, con espigas para la entrada y salida del agua de enfriamiento.

El extractor tiene una capacidad, hasta la parte superior del sifón, de 10 ml; el diámetro interior del extractor es de 20 mm y su longitud de 90 mm. El matraz es de 500 ml de capacidad.

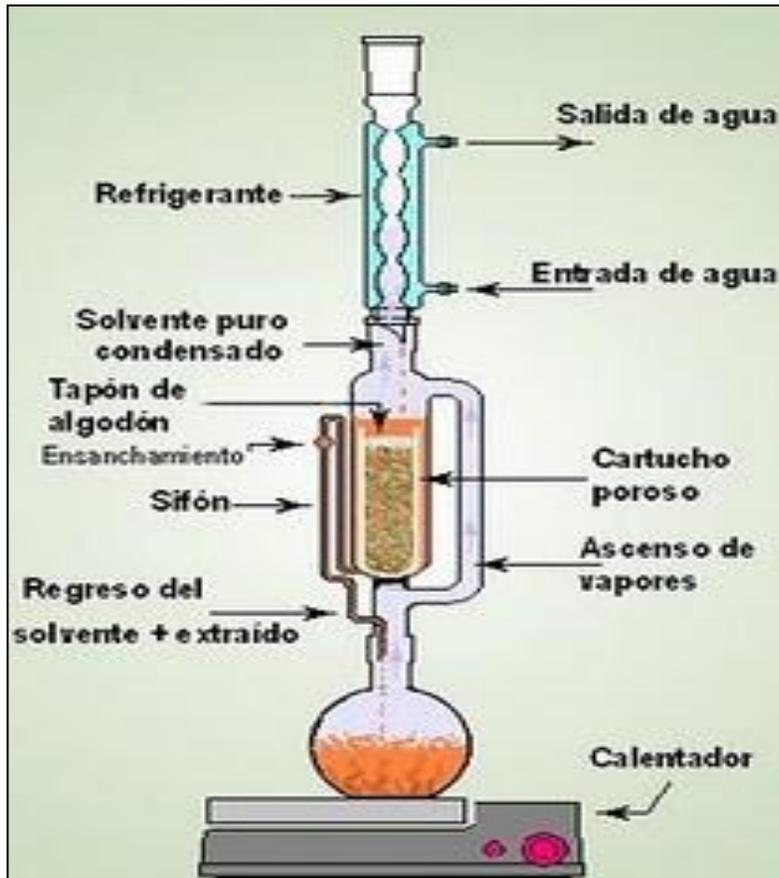
Está conformado por un cilindro de vidrio, vertical de aproximadamente un pie de alto y una pulgada y media de diámetro. La columna está dividida en una cámara superior y otra inferior.

La superior o cámara de muestra sostiene un sólido o polvo del cual se extraerán compuestos. La cámara de solvente, exactamente abajo, contiene una reserva de solvente orgánico, éter o alcohol.

Dos tubos vacíos, o brazos corren a lo largo, a un lado de la columna para conectar las dos cámaras. El brazo de vapor, corre en línea recta desde la parte superior de la cámara del solvente a la parte superior de la cámara del sólido. El otro brazo, para el retorno de solvente, describe dos U sobrepuestas, que llevan desde la cámara de la muestra el solvente hasta la cámara de solvente. El soxhlet funciona cíclicamente, para extraer las concentraciones necesarias de algún determinado compuesto.

La operación de la unidad de extracción Soxhlet se describe de la siguiente forma: Llegada la temperatura a la de ebullición del solvente éste comienza a evaporarse y, luego de que calienten las paredes del equipo, comienza a condensar en el refrigerante y a caer en forma de gotas sobre el cartucho.

Figura 9. **Equipo de extracción Soxhlet**



Fuente: luz-quimica-zorzal.blogspot.

La primera operación es totalmente atípica y no debe contabilizarse en el recuento que se hace para regular la velocidad de extracción como suelen pedir las normas. A medida que el condensado va cayendo sobre el cartucho este comienza a escurrir por la parte inferior del mismo llenando el recipiente de extracción hasta que llega al nivel de la bajada del sifón y rechupa, con todo el material disuelto, hacia el balón inferior. El tope del sifón está por encima del cartucho para asegurar que todas las veces el material a extraer quede embebido en el solvente.

Figura 10. **Equipo de extracción Soxhlet en serie**



Fuente: kimikohuaxtla.blogspot.

Una vez que el sistema está en régimen las sifonadas se producen a intervalos regulares. Los tiempos comunes del sifonado están entre 5 y 20 minutos, según la potencia del calentador, el solvente, la temperatura externa, etc.

#### **2.4.4. Monitoreo del proceso**

Entre las propiedades físicas que se analizan para las oleorresinas se encuentran:

- Pérdida de peso del sólido
- Sólidos solubles totales
- Densidad
- Índice de refracción

##### **2.4.1.1. Pérdida de peso del sólido**

Durante el proceso de extracción, el sólido perderá peso. Por ello, debe determinarse el peso del sólido al inicio y al final del proceso para que con estos datos se pueda determinar la cantidad de sustancia extraída, a través de una diferencia matemática.

##### **2.4.1.2. Sólidos solubles totales**

Pueden determinarse los sólidos extractables a lo largo del proceso, por medio de la toma de muestras de la solución y su respectiva evaporación del líquido y así calcular la cantidad de sólidos presentes.

##### **2.4.1.3. Densidad**

A través del cambio de densidad de la solución se puede determinar el avance de la extracción, ya que conforme transcurre el tiempo, la solución debe ser más densa debido a la presencia de mayor soluto extraíble.

#### 2.4.1.4. Índice de refracción

El índice de refracción de un medio homogéneo es una medida que determina la reducción de la velocidad de la luz al propagarse por un medio. De forma más precisa, el índice de refracción es el cambio de la fase por unidad de longitud, esto es, el número de onda en el medio ( $k$ ) será  $n$  veces más grande que el número de onda en el vacío ( $k_0$ ). Se mide con un refractómetro en el que se compara el ángulo de incidencia con el ángulo de refracción de la luz de una longitud de onda específica, observando así las variaciones en el mismo a medida que ocurre la extracción.

Figura 11. Refractómetro



Fuente: técnica-mente.

## **2.5. Caracterización de la fracción lipídica**

Los lípidos son un conjunto de moléculas orgánicas, la mayoría biomoléculas, compuestas principalmente por carbono e hidrógeno y en menor medida oxígeno, aunque también pueden contener fósforo, azufre y nitrógeno, que tienen como característica principal el ser hidrofóbicas o insolubles en agua y sí en disolventes orgánicos como la bencina, el alcohol, el benceno y el cloroformo.

Los lípidos están compuestos de glicerina y ácidos grasos, constituida básicamente por C-H-O o lo que se denomina también elemento ternario, puede ser de origen vegetal o animal y presentarse en forma líquida a la temperatura ambiente, como el aceite de oliva, de cártamo, ajonjolí, o en forma sólida o semisólida, como la manteca, mantequilla, margarina o sebo.

### **2.5.1. Análisis fitoquímico**

En la actualidad cientos de plantas son utilizadas en la medicina, pero la ciencia moderna analizando y estudiando los efectos terapéuticos de éstas, quiere precisar, comparar y clasificar las diversas propiedades, con los siguientes propósitos:

- Aumentar la confianza en la naturaleza
- Aliviar o curar enfermedades
- Determinar estructuras químicas

A través del tiempo se han desarrollado una serie de métodos para la detección preliminar de los diferentes constituyentes químicos, basados en la extracción de estos con solventes apropiados y en la aplicación de pruebas de coloración, conocida como Mancha Fitoquímica.

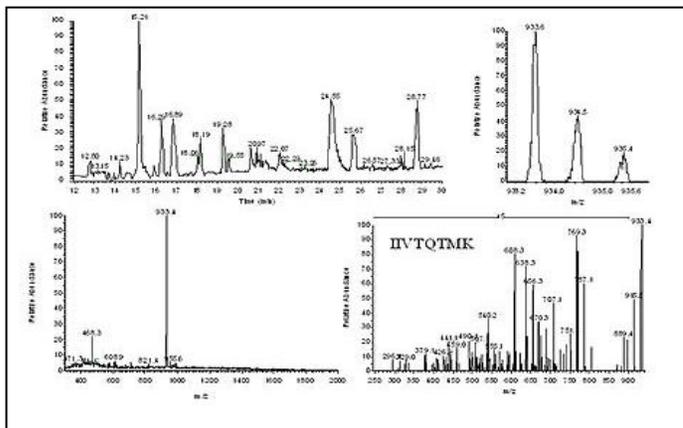
El tamizaje fitoquímico o screening fitoquímico es una de las etapas iniciales de la investigación fitoquímica, que permite determinar cualitativamente los principales grupos de constituyentes químicos presentes en una planta y, a partir de allí, orientar la extracción y/o fraccionamiento de los extractos para el aislamiento de los grupos de mayor interés.

A través del Análisis Fitoquímico se tiene como objetivo determinar los metabolitos secundarios presentes en la especie vegetal a estudiar, por ejemplo en las plantas medicinales.

### **2.5.2. Cromatografía**

La primera persona que definió la cromatografía fue el botánico ruso Miguel Tswett (1872-1913) en 1906 y eligió el término *cromatografía* procedente de las palabras griegas *khromatos* (color) y *graphos* (escrito) ya que utilizó el término cromatografía para describir la separación de pigmentos vegetales en distintas zonas coloreadas.

Figura 12. Cromatografía



Fuente: [cbm.uam.es/mkfactory](http://cbm.uam.es/mkfactory).

Recientemente la I.U.P.A.C define la cromatografía de forma más amplia como:

- Método usado principalmente para la separación de los componentes de una muestra, en el cual los componentes son distribuidos entre dos fases, una de las cuales es estacionaria, mientras que la otra es móvil. La fase estacionaria puede ser un sólido o un líquido soportado en un sólido o en un gel (matriz). La fase estacionaria puede ser empacutada en una columna, extendida en una capa, distribuida como una película, etc.

La cromatografía es un método físico de separación para la caracterización de mezclas complejas, la cual tiene aplicación en todas las ramas de la ciencia y la física. Es un conjunto de técnicas basadas en el principio de retención selectiva, cuyo objetivo es separar los distintos componentes de una mezcla, permitiendo identificar y determinar las cantidades de dichos componentes.

Las técnicas cromatográficas son muy variadas, pero en todas ellas hay una fase móvil que consiste en un fluido (gas, líquido o fluido supercrítico) que arrastra a la muestra a través de una fase estacionaria que se trata de un sólido o un líquido fijado en un sólido. Los componentes de la mezcla interactúan en distinta forma con la fase estacionaria. De este modo, los componentes atraviesan la fase estacionaria a distintas velocidades y se van separando. Después de que los componentes hayan pasado por la fase estacionaria, separándose, pasan por un detector que genera una señal que puede depender de la concentración y del tipo de compuesto.

Diferencias sutiles en el coeficiente de partición de los compuestos da como resultado una retención diferencial sobre la fase estacionaria y por tanto una separación efectiva en función de los tiempos de retención de cada componente de la mezcla. La cromatografía puede cumplir dos funciones básicas que no se excluyen mutuamente.

- Separar los componentes de la mezcla, para obtenerlos más puros y que puedan ser usados posteriormente (etapa final de muchas síntesis)
- Medir la proporción de los componentes de la mezcla (finalidad analítica)  
En este caso, las cantidades de material empleadas son pequeñas.

En general, el proceso de un análisis por cromatografía implica:

- Adsorción sobre la fase estacionaria de la sustancia o sustancias a separar
- Recuperación progresiva por elución de las sustancias separadas

Tabla V. **Tipos de cromatografía**

<b>Tipo</b>	<b>Fase móvil</b>	<b>Fase estacionaria</b>
Líquido-líquido	Líquido	Líquido absorbido en un soporte sólido
Gas-líquido	Gas	Película de líquido absorbida sobre un soporte sólido
Intercambio iónico	Soluciones acuosas	Resina cambiadora
Líquido-sólido	Disolventes	Sólido inerte como gel de alúmina o sílice

Fuente: elaboración propia.

Los diferentes tipos de cromatografía pueden ser utilizados a través de diversas técnicas, siendo las principales:

- Cromatografía en columna
- Cromatografía en capa fina
- Cromatografía de gases
- Cromatografía líquida de alta eficiencia

### **2.5.2.1. Cromatografía en columna**

Se emplea para la separación de mezclas o purificación de sustancias a escala preparativa. Como fase estacionaria se usa, generalmente, gel de sílice o alúmina dentro de una columna. La elección del disolvente es crucial para una buena separación.

Dicho disolvente pasa a través de la columna por efecto de la gravedad o bien por aplicación de presión. La columna se prepara mezclando el soporte con disolvente y se rellena la columna poniendo en el fondo de esta un poco de algodón o lana de vidrio, para evitar que la sílice o la alúmina queden retenidas en la columna y que el disolvente sea engrasada hasta el nivel del soporte. A continuación se introduce la muestra por la parte superior de la columna y se eluye con el disolvente elegido, recogándose por lo general en tubos de ensayo.

Una columna de cromatografía es un tubo de vidrio relleno con una sustancia sólida de propiedades adsorbentes constituida por pequeñas partículas: gel de sílice y alúmina son las más usadas. Este relleno es lo que se conoce en cromatografía como la fase estacionaria. A través de la columna se hará pasar una corriente de un disolvente o mezcla de disolventes denominada eluyente y/o fase móvil.

La mezcla de compuestos a separar se disuelve en una pequeña cantidad de disolvente y se coloca sobre el adsorbente, en la parte superior de la columna, quedando adsorbida por el mismo. A continuación se para un flujo de eluyente a través de la columna.

Los compuestos constituyentes de la mezcla son arrastrados por el eluyente a su paso, haciéndoles avanzar a lo largo de la columna. Sin embargo, no todos los compuestos avanzan a la misma velocidad, y esta es precisamente la clave de la cromatografía. Algunos compuestos se ven más fuertemente retenidos por el adsorbente (fase estacionaria) y por lo tanto avanzarán más despacio. Por el contrario, otros apenas son retenidos y avanzarán a mayor velocidad.

En general se dice que la separación en la cromatografía se basa en la afinidad diferencial de los distintos compuestos por la fase móvil o la fase estacionaria.

El coeficiente de distribución, a menudo denominado coeficiente de partición, está dado por:

$$D = \frac{\text{concentración de soluto en la fase móvil}}{\text{concentración de soluto en la fase estacionaria}} \quad (\text{Ec } 1)$$

Y los diferentes valores de D para los componentes a separar regulan el grado de separación.

#### **2.5.2.2. Cromatografía de capa fina**

El botánico ruso Mikhail Tswett estableció las ventajas de la cromatografía y dio el primero en utilizar este término. Es recordado como el Padre de la Cromatografía.

Ismailov y Scraiber utilizaron láminas de vidrio para colocar capas muy delgadas de alúmina y luego aplicaron extractos vegetales, dando así la primera forma de Cromatografía de Capa Fina.

Egon Stahl (1956) dio el nombre de Cromatografía de Capa Fina. Estandarizó los procedimientos, equipos y adsorbentes dando un auge a la técnica simple, a bajo costo y eficiente.

La cromatografía en capa fina se basa en la preparación de una capa, uniforme, de un adsorbente mantenido sobre una placa de vidrio u otro soporte. Los requisitos esenciales son, pues, un adsorbente, placas de vidrio, un dispositivo que mantenga las placas durante la extensión, otro para aplicar la capa de adsorbente, y una cámara en la que se desarrollen las placas cubiertas.

La fase móvil es líquida y la fase estacionaria consiste en un sólido. La fase estacionaria será un componente polar y el eluyente será por lo general menos polar que la fase estacionaria, de forma que los componentes que se desplacen con mayor velocidad serán los menos polares.

- Polaridad de los compuestos orgánicos en orden creciente:  
hidrocarburos < olefinas < flúor < cloro < nitro < aldehído  
aldehído < ester < alcohol < cetonas < aminas < ácidos < amidas

La cromatografía en capa fina, que se observa en la figura No. 12, consiste en la separación de los componentes de una mezcla a través de la migración diferencial sobre una capa fina de adsorbente, retenida sobre una superficie plana. En esta técnica, una solución de la muestra que va a ser analizada se aplica por medio de un tubo capilar sobre la superficie de un adsorbente inerte (sílica, alúmina, etc.) distribuido uniformemente sobre una placa de vidrio o de aluminio. La placa se coloca verticalmente dentro de una cámara previamente saturada con el vapor del eluyente adecuado, de tal forma que la parte inferior de la placa que contiene la muestra entre en contacto con la fase móvil.

El eluyente va a migrar por capilaridad en la placa cromatográfica, separando por migración diferencial los diversos componentes de la mezcla a ser estudiada. Después de que ha ocurrido, se evapora el eluyente y la placa se analiza utilizando luz UV o luz visible, o aplicando reactivos que dan como resultado reacciones de coloración con las sustancias contenidas en la mezcla analizada.

El factor de retención es la medida de la migración de una sustancia determinada en un solvente dado.

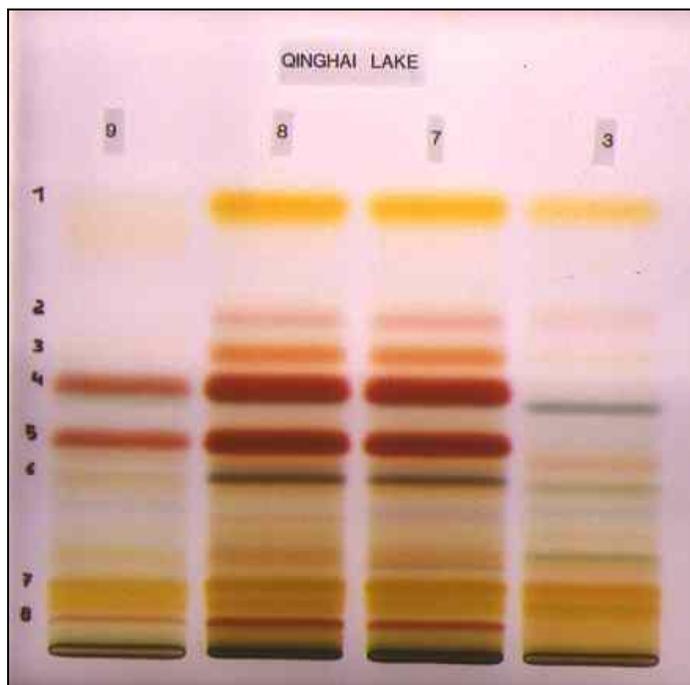
$$R_f = \frac{\text{distancia recorrida por un soluto}}{\text{distancia recorrida por el disolvente}} \quad (\text{Ec. 3})$$

Las ventajas del uso de la cromatografía en capa fina son las siguientes:

- Se necesita equipo simple y de bajo costo
- Es fácil su comprensión y ejecución
- Rapidez, reproducibilidad y versatilidad en el análisis
- Utilización de una pequeña cantidad de solvente y de la muestra

Posibilidad de revelar las placas con reactivos cromogénicos.

Figura 13. **Cromatografía en capa fina**



Fuente: yamileviridiana.blogspot.

### 2.5.2.3. **Cromatografía de gases**

En 1952, Martín y James empleaban una bureta automática para detectar y determinar los ácidos y bases. El primer cromatógrafo de gases satisficó sólo estos grupos funcionales, el verdadero potencial no se pudo alcanzar hasta la publicación de Ray, del primer cromatograma hasta 1954, el detector utilizado fue de conductividad térmica.

La cromatografía de gases es una técnica cromatográfica en la que la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de gas inerte.

A diferencia de los otros tipos de cromatografía, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito; su única función es la de transportar el analito a través de la columna.

Existen dos tipos de cromatografía de gases (GC): la cromatografía gas-sólido (GSC) y la cromatografía gas-líquido (GLC), siendo esta última la que se utiliza más ampliamente, y que se puede llamar simplemente cromatografía de gases (GC). En la GSC la fase estacionaria es sólida y la retención de los analitos en ella se produce mediante el proceso de adsorción.

Figura 14. **Equipo de cromatografía de gases**



Fuente: wikipedia.

La GC se lleva a cabo en un cromatógrafo de gases. Éste consta de diversos componentes como el gas portador, el sistema de inyección de muestra, la columna (generalmente dentro de un horno), y el detector.

La cromatografía en fase gaseosa es una técnica de análisis que ofrece resoluciones excelentes, con sensibilidad del orden de miligramos y picogramos. Los resultados son cuantitativos y se obtienen en un espacio de tiempo relativamente corto.

Los resultados son cuantitativos y se obtienen en un espacio de tiempo relativamente corto. Las desventajas son: los componentes de las muestras deben ser estables a la temperatura de operación, las muestras tienen que ser volátiles; es necesario hacer un tratamiento preliminar de las muestras, lo que convierte el proceso en difícil y complejo, además que su eficacia no es muy alta, como técnica para las identificaciones cualitativas.

#### **2.5.2.4. Cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC)**

La Cromatografía líquida de alta eficacia o High Performance Liquid Chromatography (HPLC) es un tipo de cromatografía en columna utilizada frecuentemente en bioquímica y química analítica.

También se la denomina a veces Cromatografía líquida de alta presión o High pressure liquid chromatography (HPLC), aunque esta terminología se considera antigua y está en desuso.

El HPLC es una técnica utilizada para separar los componentes de una mezcla basándose en diferentes tipos de interacciones químicas entre las sustancias analizadas y la columna cromatográfica.

En la HPLC isocrática el compuesto pasa por la columna cromatográfica a través de la fase estacionaria (normalmente, un cilindro con pequeñas partículas redondeadas con ciertas características químicas en su superficie) mediante el bombeo de líquido (fase móvil) a alta presión a través de la columna. La muestra a analizar es introducida en pequeñas cantidades y sus componentes se retrasan diferencialmente dependiendo de las interacciones químicas o físicas con la fase estacionaria a medida que adelantan por la columna.

El grado de retención de los componentes de la muestra depende de la naturaleza del compuesto, de la composición de la fase estacionaria y de la fase móvil. El tiempo que tarda un compuesto a ser eluido de la columna se denomina tiempo de retención y se considera una propiedad identificativa característica de un compuesto en una determinada fase móvil y estacionaria.

La utilización de presión en este tipo de cromatografías incrementa la velocidad lineal de los compuestos dentro la columna y reduce así su difusión dentro de la columna mejorando la resolución de la cromatografía. Los disolventes más utilizados son el agua, el metanol y el acetonitrilo. El agua puede contener tampones, sales, o compuestos como el ácido trifluoroacético, que ayudan a la separación de los compuestos.

Una mejora introducida a la técnica de HPLC descrita es la variación en la composición de la fase móvil durante el análisis, conocida como elución en gradiente. Un gradiente normal en una cromatografía de fase reversa puede empezar a un 5% de acetonitrilo y progresar de forma lineal hasta un 50% en 25 minutos. El gradiente utilizado varía en función de la hidrofobicidad del compuesto.

El gradiente separa los componentes de la muestra como una función de la afinidad del compuesto por la fase móvil utilizada respecto a la afinidad por la fase estacionaria.

En el ejemplo, utilizando un gradiente agua/acetonitrilo los compuestos más hidrofílicos eluirán a mayor concentración de agua, mientras que los compuestos más hidrofóbicos eluirán a concentraciones elevadas de acetonitrilo. A menudo, hace falta realizar una serie de pruebas previas por tal de optimizar el gradiente de forma que permita una buena separación de los compuestos.

### **2.5.3. Análisis cuantitativo**

El análisis cuantitativo se puede llevar a cabo mediante métodos gravimétricos, los cuales están basados en la ley de proporciones definidas, que establece que: en cualquier compuesto puro, las proporciones en peso de los elementos constituyentes siempre son las mismas, y en la ley de consistencia de la composición, que establece que: las masas de los elementos que en un cambio químico muestran una relación definida e invariable entre sí.

El análisis gravimétrico consiste en determinar la cantidad proporcionada de un elemento, radical o compuesto presente en una muestra, eliminando todas las sustancias que interfieren y convirtiendo el constituyente o componente deseado en un compuesto de composición definida, que sea susceptible de pesarse. Una vez determinado el peso de este compuesto aislado, puede calcularse el peso del componente deseado presente en la muestra. Por lo tanto, como su nombre lo indica el método gravimétrico implica la determinación del peso como operación básica del procedimiento.

## 2.6. Industrialización de la fracción lipídica

La industrialización de la fracción lipídica de las sustancias ha ido creciendo a través del tiempo, esto se ha dado debido al perfeccionamiento y la automatización de los procesos de extracción.

Debido a este crecimiento se ha logrado determinar los usos de diversos productos naturales que son de gran utilidad en la vida de los seres humanos. Entre las áreas donde más se ha desarrollado la extracción y uso de la fracción lipídica tenemos:

- Industria alimenticia: la fracción lipídica se pueden emplear para condimentar carnes preparadas, embutidos, sopas, helados, queso, etcétera. Así como también en bebidas alcohólicas y no alcohólicas. Estas esencias también se emplean en la producción de caramelos, chocolates y otras golosinas;

Figura 15. **Aguas Saborizadas**



Fuente: alimentoscormillot.

- Industria farmacéutica: se utilizan en cremas dentales, analgésicas e inhalantes para descongestionar las vías respiratorias;

Figura 16. **Pastillas de fenogreco**



Fuente: dieteticaonline.

- Industria de cosméticos: emplea los aceites esenciales en la producción de cosméticos, jabones, colonias, perfumes y maquillaje;
- Industria de productos de limpieza: Actualmente se ha desarrollado el uso de esencias para disimular el olor desagradable de algunos productos de limpieza e industriales como el caucho, plásticos y pinturas.

Figura 17. **Productos de limpieza**



Fuente: secure.iquiero.



### 3. DISEÑO METODOLÓGICO

#### 3.1. Variables

##### 3.1.1. Variables

Como resultado de la minuciosa revisión sobre los factores que influyen el método a utilizar, se determinó que los factores que se deben de modificar para medir el efecto sobre los resultados; así como también se determinó que los factores que serán constantes durante el proceso son los siguientes:

Método de extracción por decocción (Soxhlet):

Tabla VI. **Parámetros de proceso**

<b>Variables</b>	<b>Constantes</b>
Tipo de solvente	Tamaño de muestra
	Cantidad de muestra
	Humedad de la muestra deshidratada
Número de ciclos	Materia prima
	Tamaño de partícula
	Temperatura

Fuente: elaboración propia.

### **3.1.2. Método que se utilizara**

- Extracción Soxhlet

### **3.1.3. Temperatura**

- Temperatura de ebullición de cada solvente.
  - Metanol (64.7°C)
  - Etanol (78.4°C)
  - Hexano (68.85°C)

### **3.1.4. Solvente**

- |                  |                        |      |
|------------------|------------------------|------|
| • Metanol (100%) | Constante dieléctrica: | 33.6 |
| • Etanol (100%)  | Constante dieléctrica: | 24.3 |
| • Hexano (100%)  | Constante dieléctrica: | 1.89 |

### **3.1.5. Tamaño de partícula**

- Según granulometría (micrones):  
1180 < tamaño de partícula < 2000

## **3.2. Delimitación de campo de estudio**

### **3.2.1. Diseño de tratamientos**

La materia prima fue proporcionada por la empresa QUIMFICA. El material se encontró inicialmente en bolsas normales, dichas semillas se trasladaron a bolsas tipo Ziploc para evitar que la humedad del material cambiara y perdiera fracciones volátiles presentes en la materia prima.

Se llevó a cabo el método de extracción por decocción, utilizando tres solventes (metanol, etanol y hexano), se realizaron cinco tratamientos para cada extracción de fracción lipídica de la semilla en función del solvente. Como consecuencia de esto se obtuvo un total de 15 tratamientos.

### **3.2.2. Manejo experimental**

Debido a que es necesario comparar el poder extractivo de cada uno de los solventes, se utilizaron los mismos parámetros de control. Se llevaron a cabo los tratamientos utilizando como metodología la extracción sólido-líquido con unidad de extracción Soxhlet, se utilizó este equipo ya que este es teóricamente el más eficiente para la extracción sólido-líquido a nivel laboratorio, sin embargo no es posible contabilizar con exactitud la cantidad de aceites esenciales que posee la fracción lipídica, pero basándose en el libro publicado por el licenciado Armando Cáceres podemos afirmar que la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) posee solamente trazas de aceites esenciales (0.01-0.02%), con lo que las desviaciones en los resultados por estos no son significativas.

En la extracción por decocción, se realizaron procesos extractivos utilizando tres distintos solventes: metanol, etanol y hexano, en el que se realizaron extracciones a la temperatura de ebullición de los solventes mencionados. El tamaño de partícula que se utilizará está entre 1180 y 2000 micrones (Partículas que pasen el tamiz No.10 y las retenga el tamiz No. 16) y con una humedad menor a 10%.

### **3.2.3. Preparación de la muestra**

- Se secó la materia prima recolectada, hasta una humedad menor al 10%
- Se realizó la molienda de la materia prima, esto con el fin de tener una mayor área de transferencia de mas
- Se tamizó la materia prima, con el objetivo de tener un tamaño de partícula entre 1180 y 2000 micrones

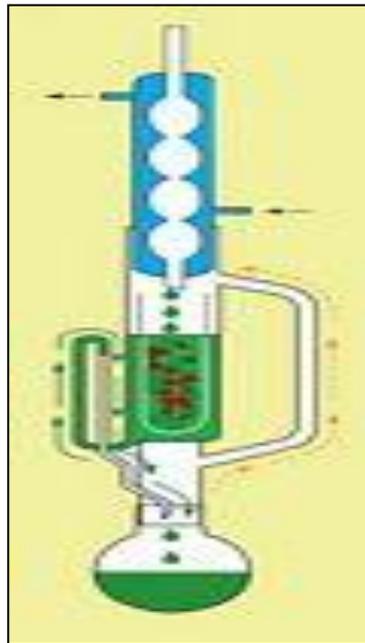
### **3.2.4. Lixiviación utilizando unidad de extracción Soxhlet**

Este es un proceso de lixiviación que se llevó a cabo entre dos fases, una fase sólida y una fase líquida, una fase estática (sólido) y una fase móvil (líquida). Este es un proceso que siempre extrae con solventes puros.

Una vez que el equipo está armado, abierta el agua el refrigerante, cargado el cartucho con muestra e introducido el solvente, sólo resta encender el calentador y comenzar la operación. Llegada la temperatura a la de ebullición del solvente éste comienza a evaporarse y, luego de que calienten las paredes del equipo, comienza a condensar en el refrigerante y a caer en forma de gotas sobre el cartucho.

El primer ciclo es totalmente atípico y no debe contabilizarse en el recuento que se hace para regular la velocidad de extracción como suelen pedir las normas, ya que este primer ciclo se le llama etapa de imbibición. A medida que el condensado va cayendo sobre el cartucho este comienza a escurrir por la parte inferior del mismo llenando el recipiente de extracción hasta que llega al nivel del sifón y drena con todo el material disuelto, hacia el balón inferior. El nivel del sifón está por encima del cartucho para asegurar que todas las veces el material a extraer quede embebido en el solvente.

Figura 18. **Equipo de extracción Soxhlet**



Fuente: [profe-farmacognosia.blogspot](http://profe-farmacognosia.blogspot).

Una vez que el sistema este en régimen inestable los ciclos se producen a intervalos regulares. Los tiempos comunes por ciclo están entre 5 y 20 minutos, según la potencia del calentador, el solvente, la temperatura externa, etc.

Durante este proceso se llevará a cabo un proceso de monitoreo para determinar el final de la extracción, se tomarán alícuotas del solvente que se encuentre dentro del equipo Soxhlet para poder determinar valores de densidad. El punto final será cuando la densidad y el índice de refracción del solvente presente dentro del equipo Soxhlet sea bastante similar a la del solvente, o bien cuando el solvente presente dentro del equipo Soxhlet ya no extraiga ninguna cantidad de sólidos solubles totales.

### **3.2.5. Manejo de productos y residuos**

Al finalizar el proceso extractivo, se realizó la destilación al vacío (rotaevaporador) de los extractos obtenidos, con esto se recuperará el solvente utilizado y se concentrará la fracción lipídica.

## **3.3. Recursos humanos y físicos disponibles**

### **3.3.1. Recursos humanos disponibles**

- Investigador: Luis Diego Melendrez Boteo
- Asesor: Ing. Qco. Cesar Alfonso García
- Co-asesor: Ing. Qco. Adrián Antonio Soberanis

### 3.3.2. Recursos físicos disponibles

La parte experimental del trabajo de graduación se realizó en las siguientes instalaciones de la Universidad de San Carlos de Guatemala:

Tabla VII. **Recursos físicos**

Laboratorio de la Sección de Química Industrial -LAFIQ- Centro de Investigaciones de Ingeniería, USAC.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Secado de la materia prima.</li><li>• Medición de humedad de la materia prima.</li></ul>
Laboratorio del Área de Química de la Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, USAC.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Extracción de la fracción lipídica.</li><li>• Medición de los sólidos solubles totales.</li><li>• Medición de la densidad.</li></ul>
Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales -LIEXVE- Centro de Investigaciones de Ingeniería, USAC.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Destilación al vacío de la fracción lipídica.</li><li>• Medición del Índice de Refracción</li></ul>
Laboratorio del LIPRONAT, Facultad e Ciencias Químicas y Farmacia, USAC.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Tamizaje fitoquímico.</li></ul>
Laboratorio del Departamento de Toxicología, Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, USAC.	<ul style="list-style-type: none"><li>• Cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas. CGS / MS / DS</li></ul>

Fuente: elaboración propia.

### **3.4. Recursos materiales disponibles**

#### **3.4.1. Materia Prima**

- Semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)

#### **3.4.2. Cristalería y otros materiales**

- Balones 250ml
- Beakers 200ml
- Condensadores de bolas
- Probeta 100ml
- Pipetas 1 y 10ml
- Equipo de extracción Soxhlet
- Picnómetro 1ml
- Vidrios de reloj con diámetro de 10cm
- Recipientes herméticos tipo Ziploc
- Agitadores magnéticos
- Dedal
- Frascos de plástico 10ml

### 3.4.3. Equipo

- Molino de Cuchillas  
Marca: Zenith  
Voltaje: 120 V  
Frecuencia: 60 Hz.
- Plancha de calentamiento-agitación  
Marca: CORNING  
Modelo: PC-620  
Voltaje: 120 - 100 V  
Frecuencia: 60 Hz.  
Potencia: 1113 W  
Rango de temperatura: 0-480°C  
Revoluciones: 0-1100 rpm
- Bomba de vacío  
Marca: Gast  
Modelo: O523-VAFG588DX  
Voltaje: 100 -115 V  
Frecuencia: 50 Hz.  
Potencia: ¼ Hp.  
Revoluciones: 1725/1425 rpm

- Balanza  
Marca: Adventurer  
Serie: G1231202040133  
Voltaje: 8-14.5 V  
Frecuencia: 50/60 Hz.  
Máxima Capacidad: 150 g.  
Lectura Mínima: 0.001 g
- Refrigeradora  
Marca: Daewoo  
Modelo: FR-147RV  
Voltaje: 115 - 120 V  
Frecuencia: 60 Hz.  
Amperaje 1.1 A  
Refrigerante: R-134<sup>a</sup>
- Rotavapor  
Marca: Büchi  
Modelo: R-200  
No. Fabricación: 414191030002  
Voltaje: 120 V  
Frecuencia: 50/60 Hz.  
Potencia: 120 W
- Horno  
Marca: Cole Parmer  
Modelo: 05015-54  
Voltaje: 120 V  
Frecuencia: 50/60 hz

- Refractómetro  
Marca: Fischer Scientific  
Modelo: 334620  
Voltaje: 120 V  
Frecuencia: 60 Hz.  
Corriente: 0.08 A
- Campana de extracción  
Marca: Serproma  
Voltaje: 110 V  
Potencia: 900 W,  
Capacidad de motor:  $\frac{3}{4}$ Hp.
- Cronómetro digital  
Marca: CASIO

### 3.4.4. Reactivos

- Metanol

Tabla VIII. Información metanol

Fórmula semi-desarrollada	CH <sub>3</sub> -OH
Fórmula molecular	CH <sub>4</sub> O
Estado de agregación	Líquido
Apariencia	Incoloro
Masa molar	32.04 g/mol
Punto de fusión	176 °K (-97.16 °C)
Punto de ebullición	337.8°K (64.7°C)
Viscosidad	0.59 mPa·s a 20 °C.
Punto de inflamabilidad	285°K (12°C)
Temperatura de auto-ignición	658°K (385°C)
Solubilidad en agua	Totalmente miscible
Constante dieléctrica	33.6

Fuente: wikipedia.

- Etanol

Tabla IX. **Información etanol**

Fórmula semi-desarrollada	CH <sub>3</sub> -CH <sub>2</sub> -OH
Fórmula molecular	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O
Estado de agregación	Líquido
Apariencia	Incoloro
Densidad	789 kg/m <sup>3</sup> ; 0,789 g/cm <sup>3</sup>
Masa molar	46.07 g/mol
Punto de fusión	158.9 °K (-114.3 °C)
Punto de ebullición	351.6°K (78.4°C)
Viscosidad	1.074 mPa·s a 20 °C.
Temperatura crítica	514 K ( °C)
Solubilidad en agua	Miscible
Constante dieléctrica	24.3

Fuente: wikipedia.

- Hexano

Tabla X. **Información hexano**

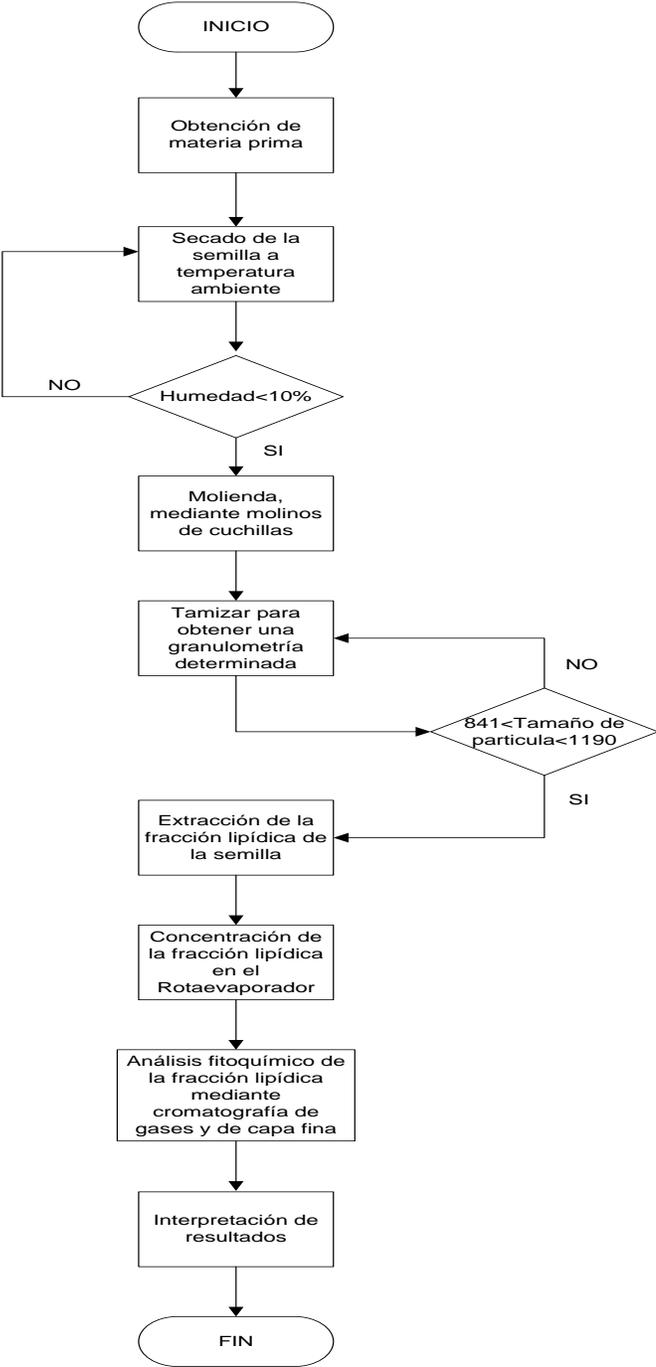
Fórmula semi-desarrollada	$C_6H_{14}$
Masa molar	86.2 g/mol
Punto de fusión	178 °K (-95.15°C)
Punto de ebullición	342°K (68.85°C)
Densidad	0,66 g/ml
Punto de ignición	240 °C
Punto de inflamación	-22 °C
Viscosidad	0,294 <u>cP</u> a 25 °C
Solubilidad en agua	Inmiscible
Constante dieléctrica	1.89

Fuente: wikipedia.

### 3.5. Técnica cuantitativa

La técnica cuantitativa a utilizar se conoce como Gravimetría, la cual se basa en la precipitación de un compuesto de composición química conocida tal que su peso permita calcular mediante relaciones, generalmente estequiométricas, la cantidad original de analito en una muestra.

### 3.6. Recolección y ordenamiento de la información



Fuente: elaboración propia.

### 3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

#### a. Diseño experimental

Se realizaron análisis de varianza en una sola dirección, debido a que solo se analizó un factor con un tratamiento con cinco corridas cada uno, para tener un arreglo matricial de quince observaciones.

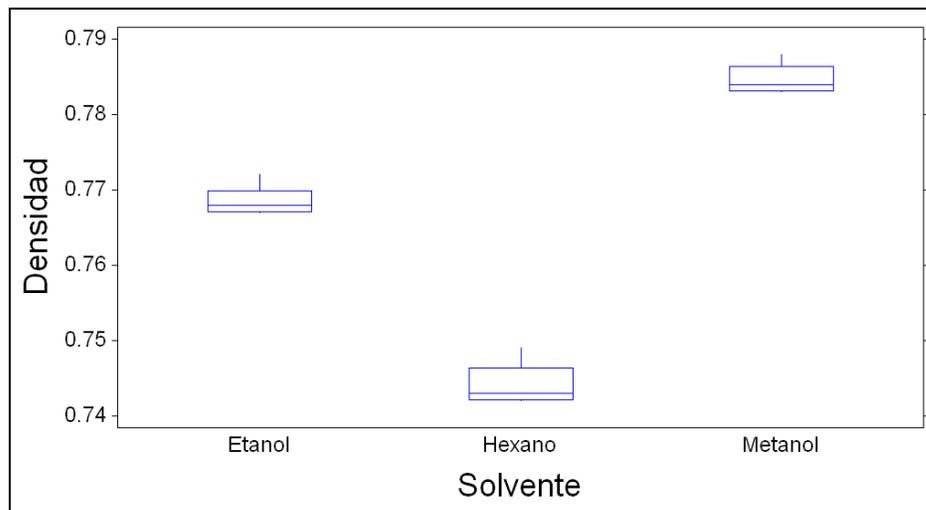
Tabla XI. **Datos requeridos para un experimento en una dirección con a tratamientos y n repeticiones**

<b>Procedimiento</b>	<b>Variación de solvente</b>		
	<b>S1 Metanol</b>	<b>S2 Etanol</b>	<b>S3 Hexano</b>
<b>Extracción Soxhlet</b>	ES1 [ES1.1...ES1.5]	ES2 [ES2.1...ES2.5]	ES3 [ES3.1...ES3.5]

Fuente: elaboración propia.

### 3.8. Análisis estadístico

Figura 19. **Gráfica de Densidad (g/ml) vs Solvente extractor de fracción lipídica de la semilla del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Tabla XII. **Prueba de Duncan para las medias de densidad**

Fuente de varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Varianza F	Probabilidad
Solvente	2	0.00418	0.00209	366.4	0.0000
Error	12	0.00007	0.00001		
Total	14	0.00425			

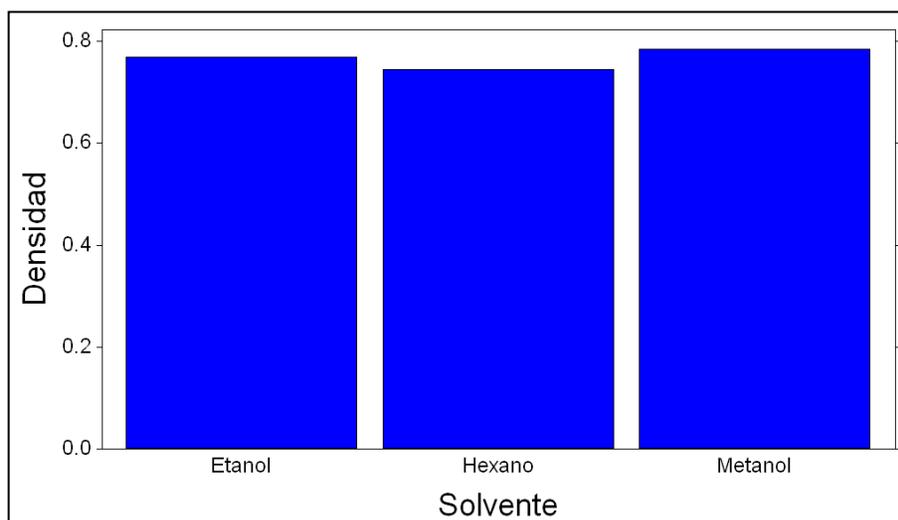
Fuente: análisis experimental.

Tabla XIII. Comparación de Tukey para las medias de densidad

Solvente	Significación	Grupos homogéneos
Metanol	0.7846	A
Etanol	0.7684	B
Hexano	0.7440	C

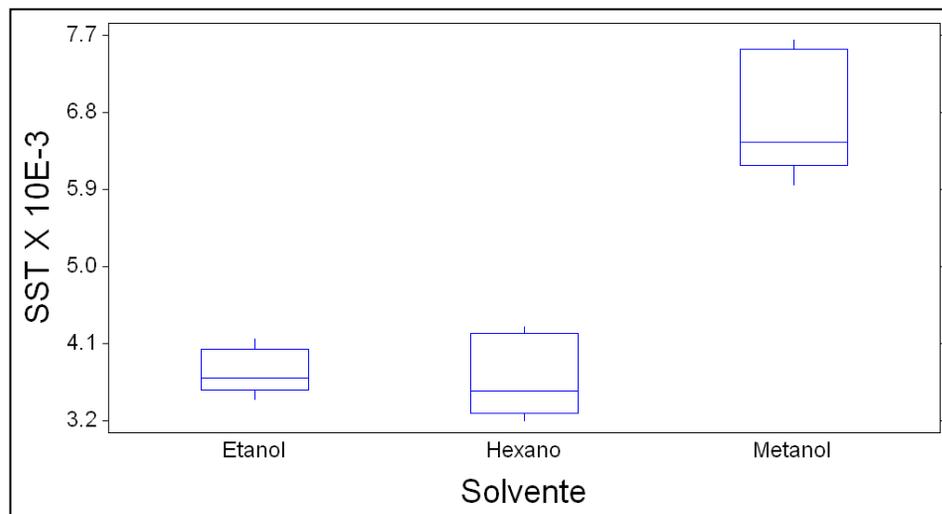
Fuente: análisis experimental.

Figura 20. Medias marginales de Densidad (g/ml) de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)



Fuente: análisis experimental.

Figura 21. **Gráfica de Sólidos solubles totales (%) vs Solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Tabla XIV. **Prueba de Duncan para Sólidos solubles totales**

Fuente de varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Varianza F	Probabilidad
Solvente	2	3.072 E-05	1.536 E-05	54.16	0.0000
Error	12	3.403 E-06	2.836 E-07		
Total	14	3.412 E-05			

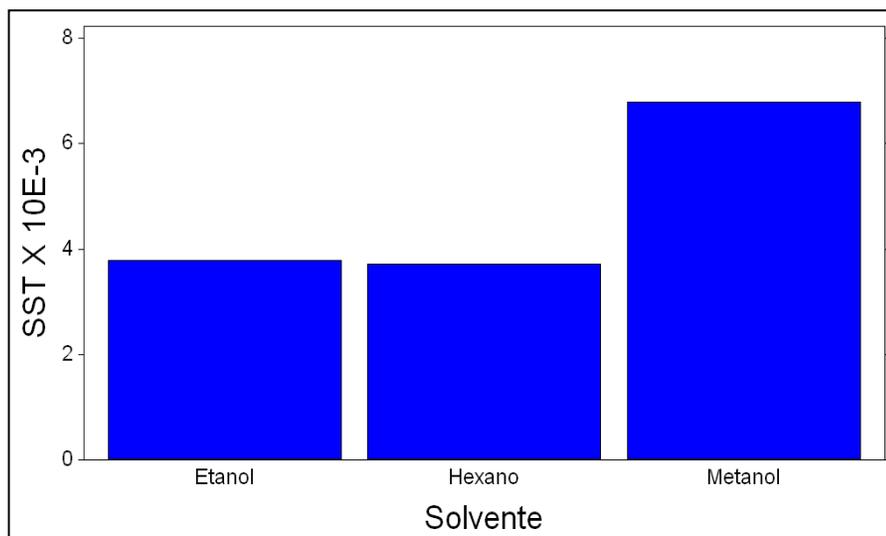
Fuente: análisis experimental.

Tabla XV. **Comparación de Tukey para las medias Sólidos solubles totales**

Solvente	Significación	Grupos homogéneos
Metanol	6.78 E-03	A
Etanol	3.78 E-03	B
Hexano	3.71 E-03	B

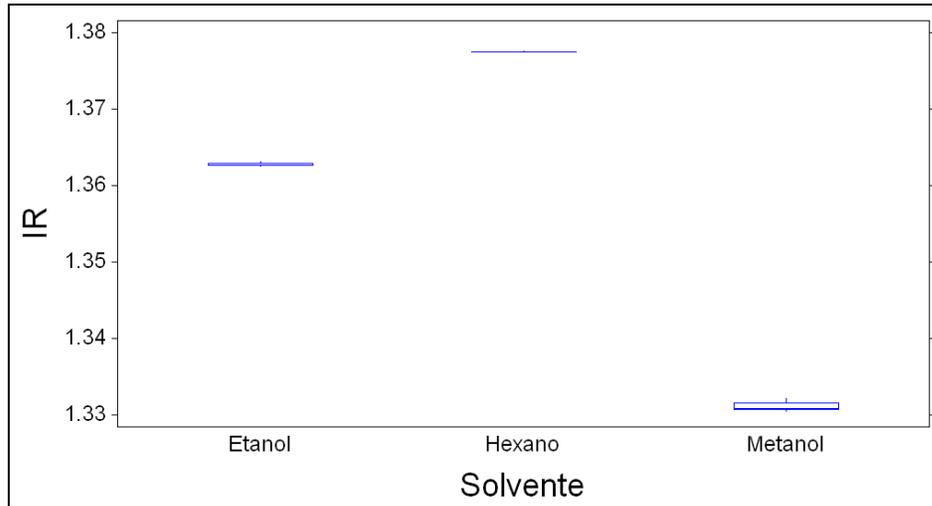
Fuente: análisis experimental.

Figura 22. **Medias marginales de Sólidos solubles totales de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Figura 23. **Gráfica de Índice de refracción vs solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Tabla XVI. **Prueba de Duncan para Índice de refracción**

Fuente de varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Varianza F	Probabilidad
Solvente	2	0.00562	0.00281	17135.2	0.0000
Error	12	1.968 E-06	1.640 E-07		
Total	14	0.00562			

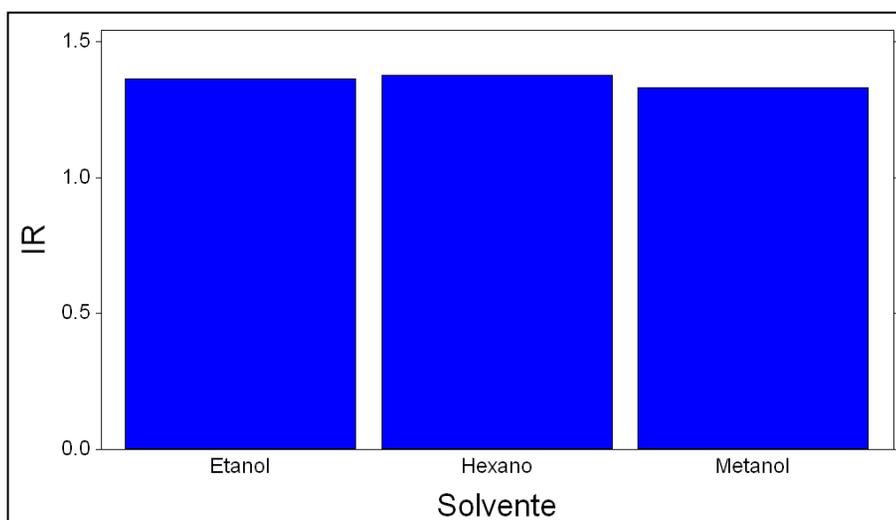
Fuente: análisis experimental.

Tabla XVII. **Comparación de Tukey para las medias de Índice de refracción**

Solvente	Significación	Grupos homogéneos
Hexano	1.3775	A
Etanol	1.3628	B
Metanol	1.3311	C

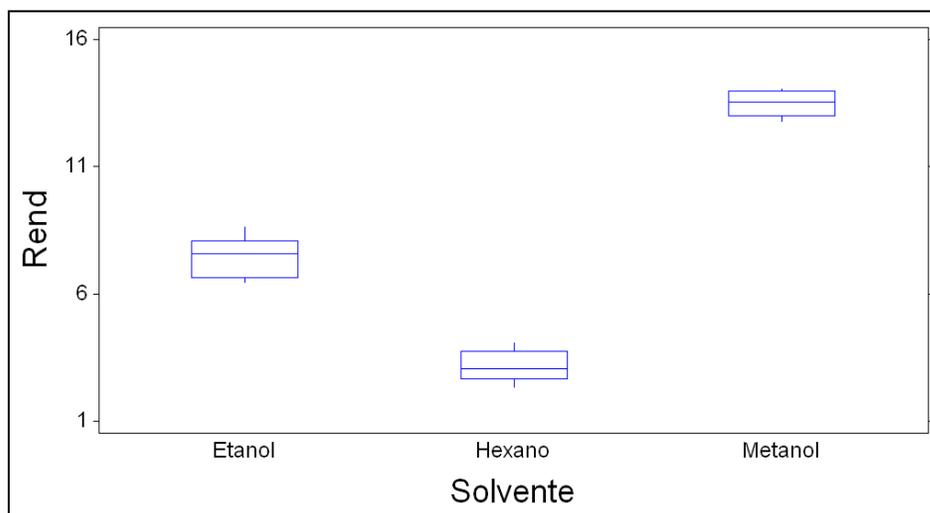
Fuente: análisis experimental.

Figura 24. **Medias marginales de Índice de refracción de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Figura 25. **Gráfica de Rendimiento (%) vs Solvente extractor de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



Fuente: análisis experimental.

Tabla XVIII. **Prueba de Duncan para el rendimiento porcentual**

Fuente de varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados	Cuadrado medio	Varianza F	Probabilidad
Solvente	2	269.395	134.698	271.81	0.0000
Error	12	5.947	0.496		
Total	14	275.342			

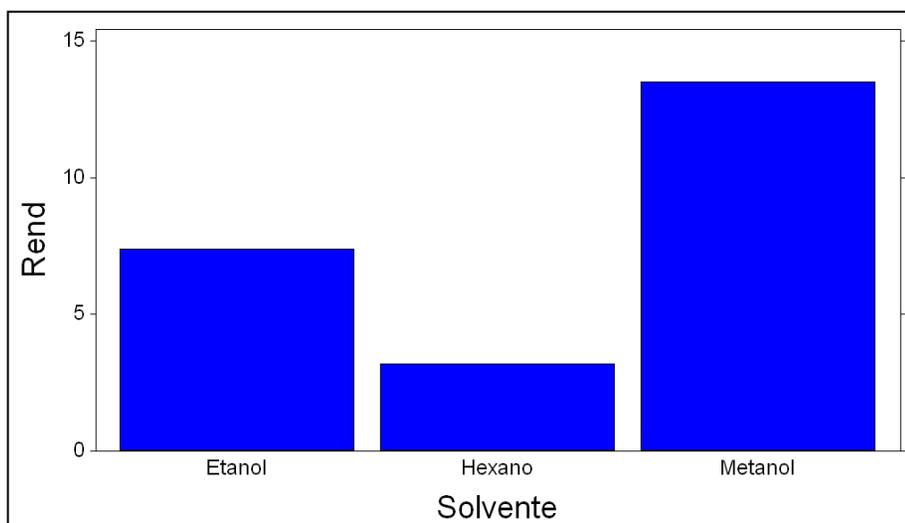
Fuente: análisis experimental.

Tabla XIX. **Comparación de Tukey para las medias del rendimiento porcentual**

Solvente	Significación	Grupos homogéneos
Hexano	13.502	A
Etanol	7.4020	B
Metanol	3.1780	C

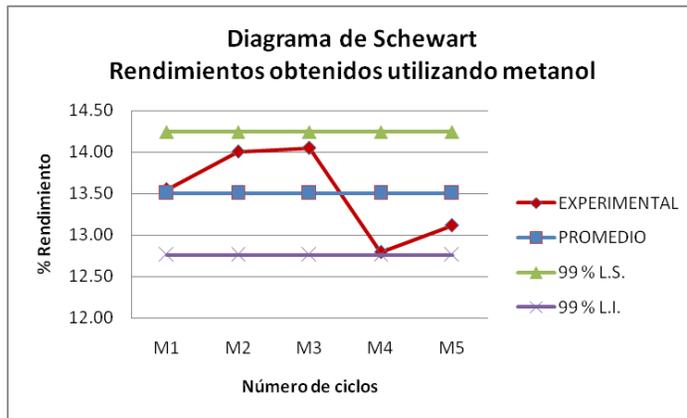
Fuente: análisis experimental.

Figura 26. **Medias marginales del rendimiento porcentual de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)**



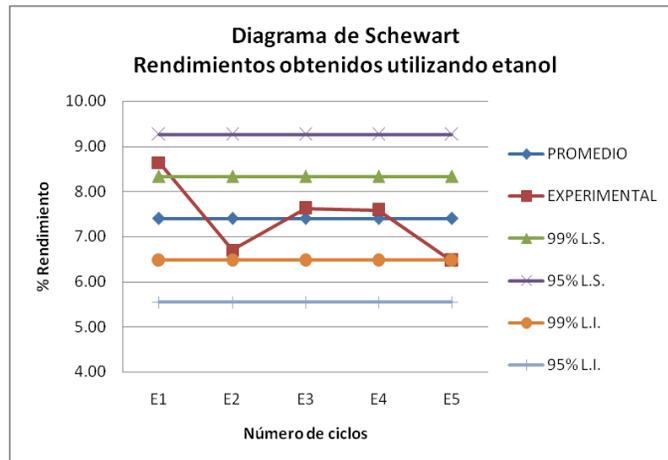
Fuente: análisis experimental.

Figura 27. Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando metanol como solvente, con una confianza de 99%



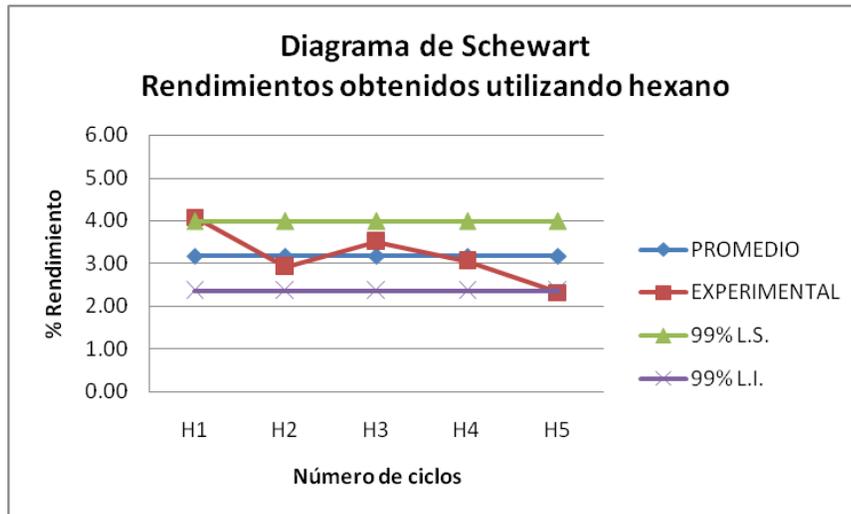
Fuente: análisis experimental.

Figura 28. Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando etanol como solvente, con una confianza de 95%



Fuente: análisis experimental.

Figura 29. **Diagrama de Schewart para el rendimiento de fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando hexano como solvente, con una confianza de 99%**



Fuente: análisis experimental.

## 4. RESULTADOS

Tabla XX. Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con metanol de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)

Nombre	Rendimiento (%)	Media (%)	Desviación Estándar (%)
MetOH I	13.55	13.50	± 0.549
MetOH II	14.01		
MetOH III	<b>14.05</b>		
MetOH IV	12.79		
MetOH V	13.11		

Fuente: apéndice C.

Tabla XXI. Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con etanol de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)

Nombre	Rendimiento (%)	Media (%)	Desviación Estándar (%)
EtOH I	<b>8.64</b>	7.40	± 0.863
EtOH II	6.70		
EtOH III	7.62		
EtOH IV	7.58		
EtOH V	6.47		

Fuente: apéndice C.

Tabla XXII. Rendimiento porcentual total de la fracción lipídica extraída con hexano de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)

Nombre	Rendimiento (%)	Media (%)	Desviación Estándar (%)
Hex I	4.09	3.18	± 0.660
Hex II	2.92		
Hex III	3.50		
Hex IV	3.06		
Hex V	2.32		

Fuente: apéndice C.

Tabla XXIII. **Metabolitos secundarios detectados en la fracción lipídica utilizando cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas (CGC/MS/DS)**

Método	Solvente	Constante Dieléctrica	Metabolito secundario	Tiempo de retención	Área (%)
Extracción Soxhlet	Etanol	24.3	Tiociclám	8.96	1.42
			2 – Buteno		
			1 - Buteno		
			Ciclohexano	15.68	1.74
			<b>Cetobemidona</b>	9.30	<b>31.41</b>
			Acetil – Proline		
			Thiociclám		
			Himexazol	9.84	3.29
			Difenilpiralina		
			Omidazol	10.55	4.00
			Folcodina	12.40	6.70
			Metamidofos		
			Benciclan		
			Ácido Pentadecanoico (C <sub>15</sub> )	14.63	0.99
			Acido Cáprico (C <sub>10</sub> )		
			Ácido Láurico (C <sub>12</sub> )		
			Ácido Linoléico (C <sub>18</sub> )	16.11	1.37
			Gabapentina		
			Alcohol Esteárico		
			Niclosamida	16.18	2.68
			Demeton - metil sulfona	16.36	7.52
			2 – metil – 1 – penteno		
			5 – metil – 1 – hexano		
<b>Ester de Diisooctilftalato</b>	19.59	<b>23.45</b>			
<b>Ester de Butilo-2-metilpropilftalato</b>					
<b>Ester de Butilo-2-etilhexilftalato</b>					

Continuación tabla XXIII.

Método	Solvente	Constante Dieléctrica	Metabolito secundario	Tiempo de retención	Área (%)
Extracción Soxhlet	Metanol	33.6	2 – Buteno	8.97	11.30
			1 – Buteno		
			3 – Metilhexano		
			2 – Buteno	9.28	<b>68.70</b>
			1 – Buteno		
			<b>Captopril</b>		
			Himexazol	9.82	2.97
			Clorciclizina		
			Omidazol	12.40	6.07
			Fenol		
			Etinamate		
			Ácido Láurico (C <sub>12</sub> )	14.64	2.72
			Ácido Pentadecanóico (C <sub>15</sub> )		
			Ácido Mirístico (C <sub>14</sub> )		
			Ciclohexano	15.68	8.24
			1 – Metiletenilciclopropano		
Pentetrazol					
Extracción Soxhlet	Hexano	1.89	Ácido Pentadecanóico	14.64	9.21
			Ácido Láurico (C <sub>12</sub> )		
			Ácido Palmítico (C <sub>16</sub> )		
			1 - Metiletenilciclopropano	15.69	15.65
			Ciclohexano		
			Piridina	15.73	1.44
			Captan		
			1 - Metiletenilciclopropano		
			<b>Ester de Diisooctilftalato</b>	19.61	<b>69.03</b>
			<b>Ester de 2- Butiletilhexilftalato</b>		
<b>Ester de Butiloctilftalato</b>					

Fuente: apéndice A.

Tabla XXIV. **Clasificación de los metabolitos secundarios encontrados en la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) al utilizar cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas (CGC/MS/DS)**

Tipo	Solvente	Nombre
Esteres ftálicos	Etanol	Ester de Butilo-2-metilpropilftalato
		Ester de Butilo-2-etilhexilftalato
		Ester de Diisooctilftalato
	Metanol	-
	Hexano	Ester de Diisooctilftalato
		Ester de 2- Butiletilhexilftalato
Ester de Butiloctilftalato		
Ácidos Grasos	Etanol	Acido Cáprico (C10:0)
		Ácido Láurico (C12:0)
		Ácido linoléico (C18:2)
	Metanol	Ácido Láurico (C12:0)
		Ácido Mirístico (C14:0)
	Hexano	Ácido Láurico (C12:0)
Ácido Palmítico (C16:0)		

**Continuación tabla XXIV.**

<b>Tipo</b>	<b>Solvente</b>	<b>Nombre</b>
Otros	Etanol	Metamidofos
		Gabapentina
		Niclosamida
		Difenilpiralina
		Omidazol
		Folcodina
		Benciclan
		Acetil – Proline
		Alcohol Esteárico
		Demeton - metil sulfona
		Tiocyclam
		Cetobemidona
		Himexazol
	Metanol	Omidazol
		Fenol
		Himexazol
		Captopril
		Clorciclizina
		Pentetrazol
	Hexano	Etinamate
Piridina		
		Captan

Fuente: apéndice A.

Tabla XXV. **Familias de metabolitos secundarios detectados en la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) al utilizar cromatografía en capa fina, para cada solvente**

<b>Metabolito Secundario</b>		<b>Etanol</b>	<b>Metanol</b>	<b>Hexano</b>
Flavonoides		+	+	+
Cumarinas		+	+	+
Saponinas		+	+	+
Aceites esenciales	Mirceno	+	-	+
	Nerol	+	+	+
	1, 8-cineol	+	-	-
	Terpineol	+	-	-

Fuente: apéndice A.

**+**: indica la presencia del metabolito secundario

**-**: indica la ausencia del metabolito secundario

Tabla XXVI. **Densidad de la fracción lipídica alcohólica y hexánica obtenida**

<b>Nombre</b>	<b>Densidad del Extracto (g/mL)</b>	<b>Media (g/mL)</b>	<b>Desviación estándar</b>
MetOH 0	0.792	-	-
MetOH I	0.784	0.785	± 0.00229
MetOH II	0.783		
MetOH III	0.783		
MetOH IV	0.785		
MetOH V	0.788		
EtOH 0	0.789	-	-
EtOH I	0.767	0.768	± 0.00178
EtOH II	0.767		
EtOH III	0.768		
EtOH IV	0.768		
EtOH V	0.772		
Hex 0	0.655	-	-
Hex I	0.742	0.744	± 0.00292
Hex II	0.742		
Hex III	0.744		
Hex IV	0.749		
Hex V	0.743		

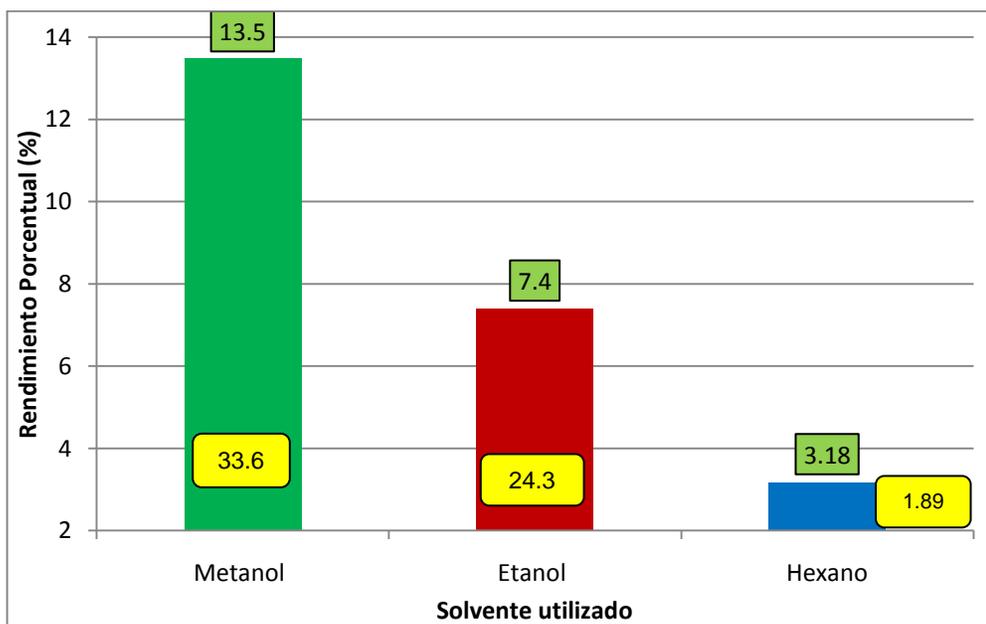
Fuente: muestra de cálculo, apéndice B.

Tabla XXVII. Índice de refracción de la fracción lipídica alcohólica y hexánica obtenidas

Nombre	Índice de refracción	Media	Desviación estándar
MetOH 0	1.3285	-	-
MetOH I	1.3309	1.3311225	± 0.000649
MetOH II	1.3313		
MetOH III	1.3304		
MetOH IV	1.3309		
MetOH V	1.3321		
EtOH 0	1.3615	-	-
EtOH I	1.3627	1.36283	± 0.000251
EtOH II	1.363		
EtOH III	1.3631		
EtOH IV	1.3629		
EtOH V	1.3625		
Hex 0	1.3749	-	-
Hex I	1.3775	1.3775125	± 8.44E-05
Hex II	1.3775		
Hex III	1.3775		
Hex IV	1.3777		
Hex V	1.3774		

Fuente: muestra de cálculo, apéndice B.

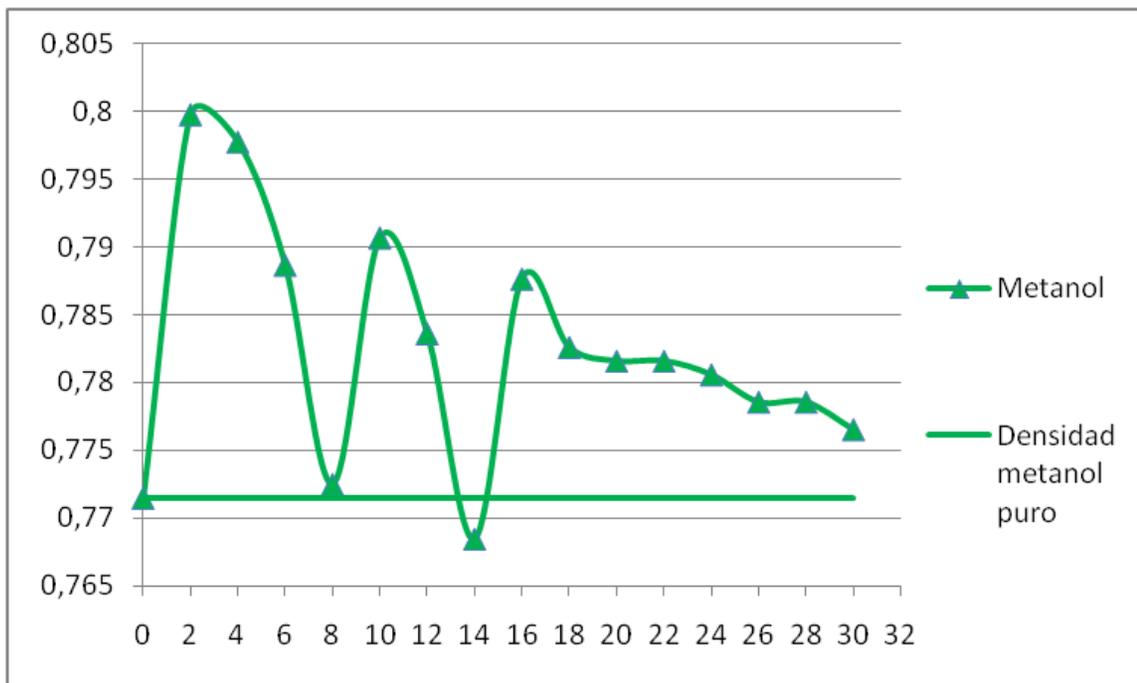
Figura 30. Rendimiento porcentual de la fracción lipídica extraída de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) en función del solvente utilizado



Fuente: análisis experimental.

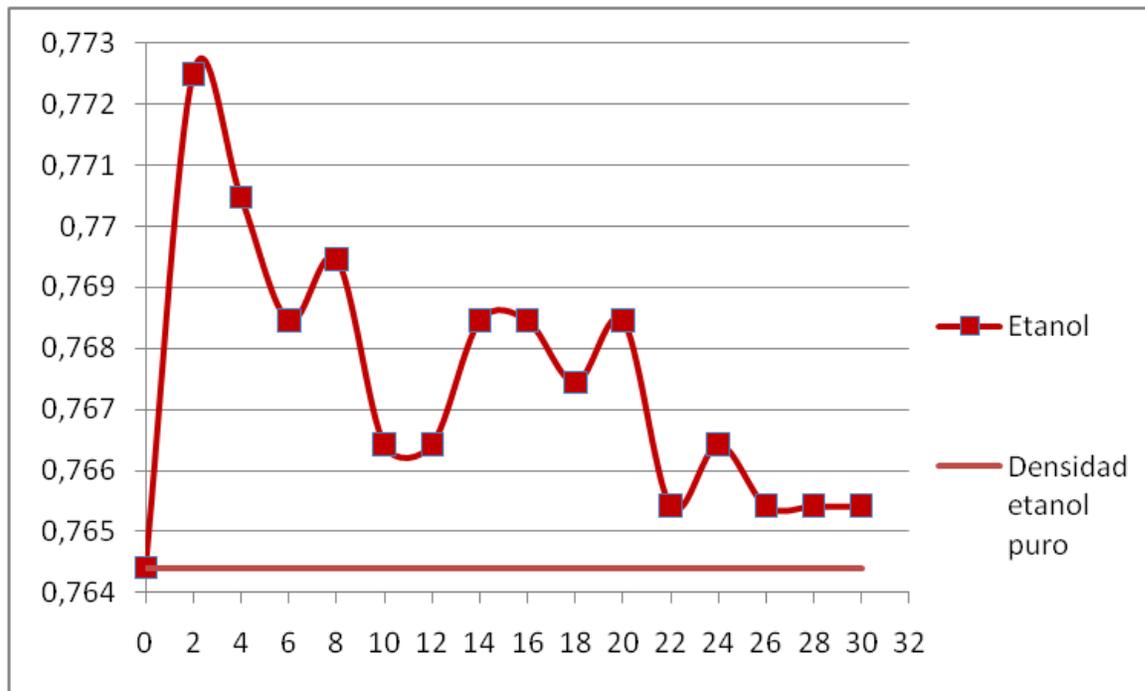
- = Rendimiento promedio de cada solvente
- = Constante dieléctrica de cada solvente

Figura 31. **Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación mediante metanol**



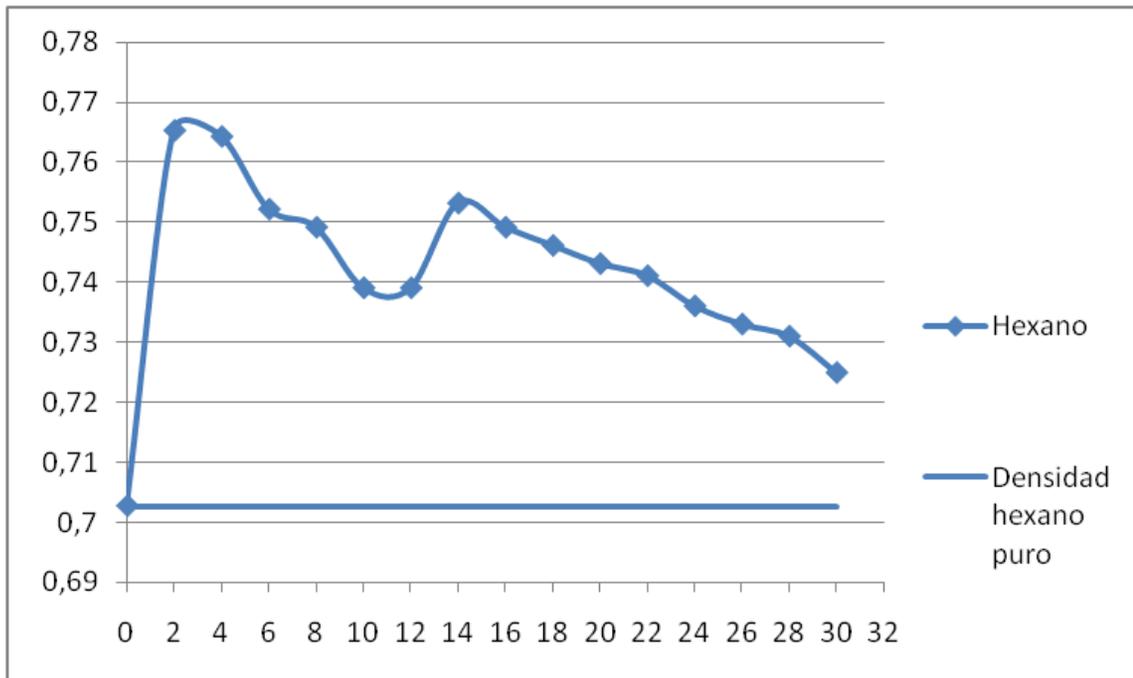
Fuente: análisis experimental.

Figura 32. **Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación mediante etanol**



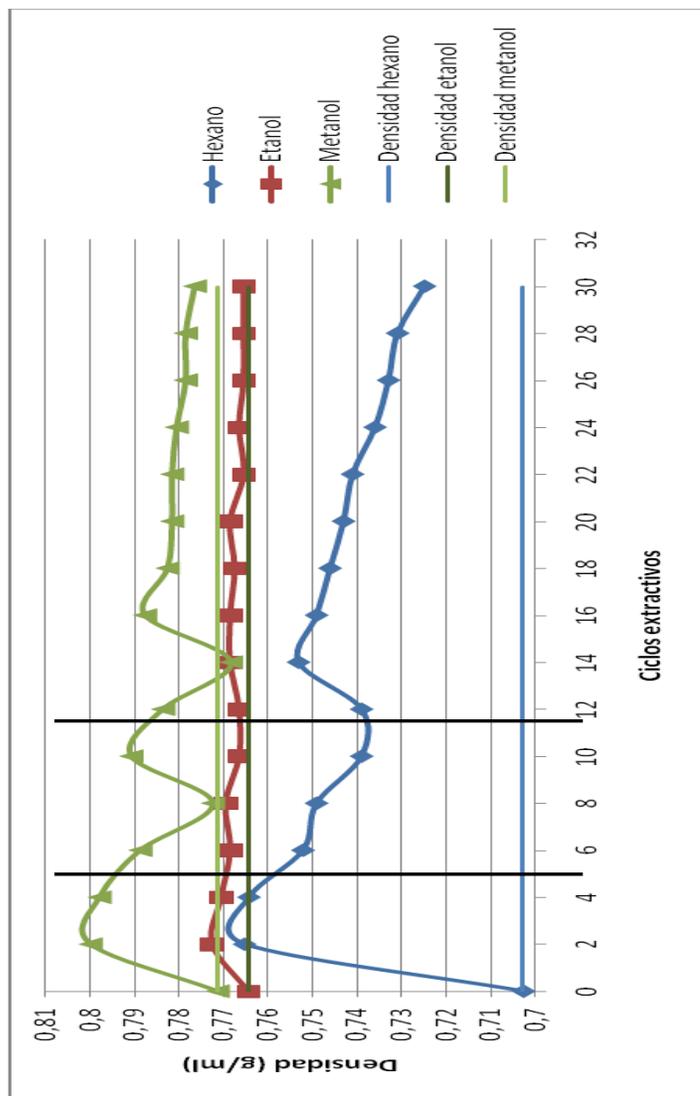
Fuente: análisis experimental.

Figura 33. **Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación mediante hexano**



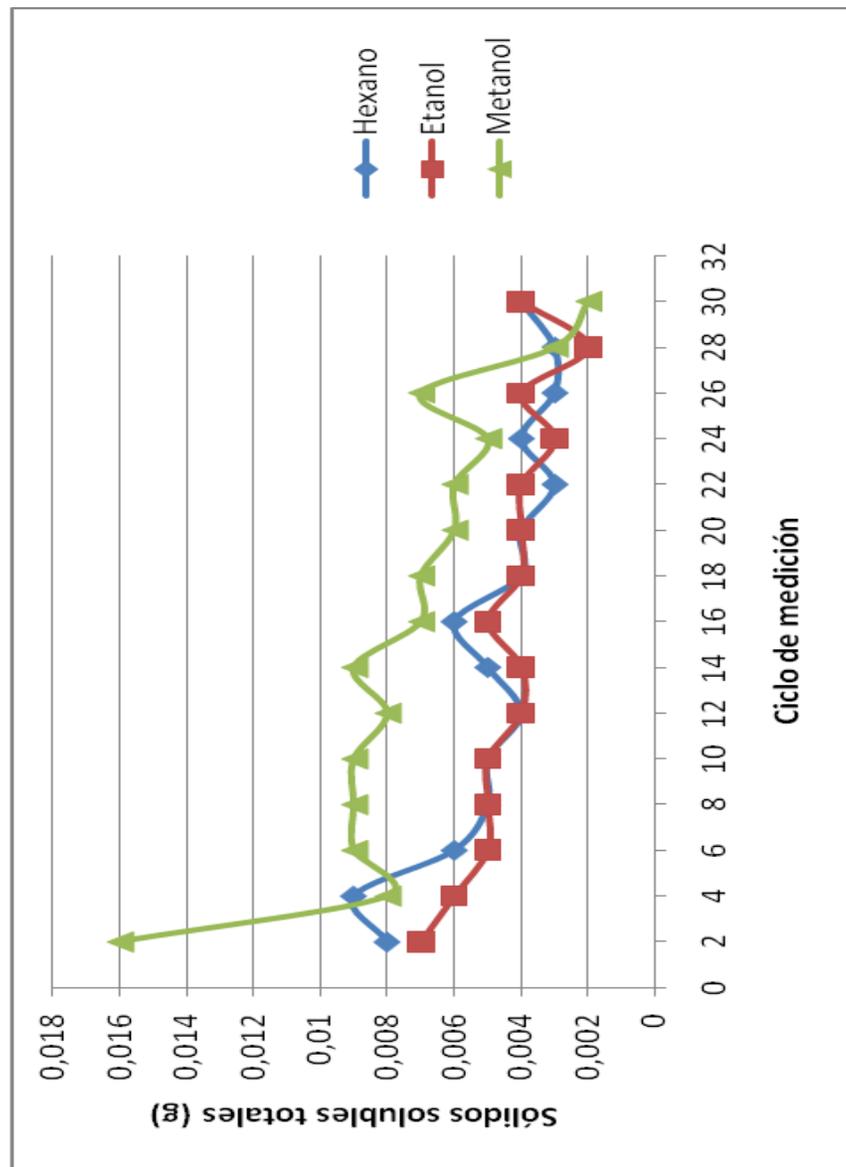
Fuente: análisis experimental.

Figura 34. **Monitoreo en función de la densidad del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado**



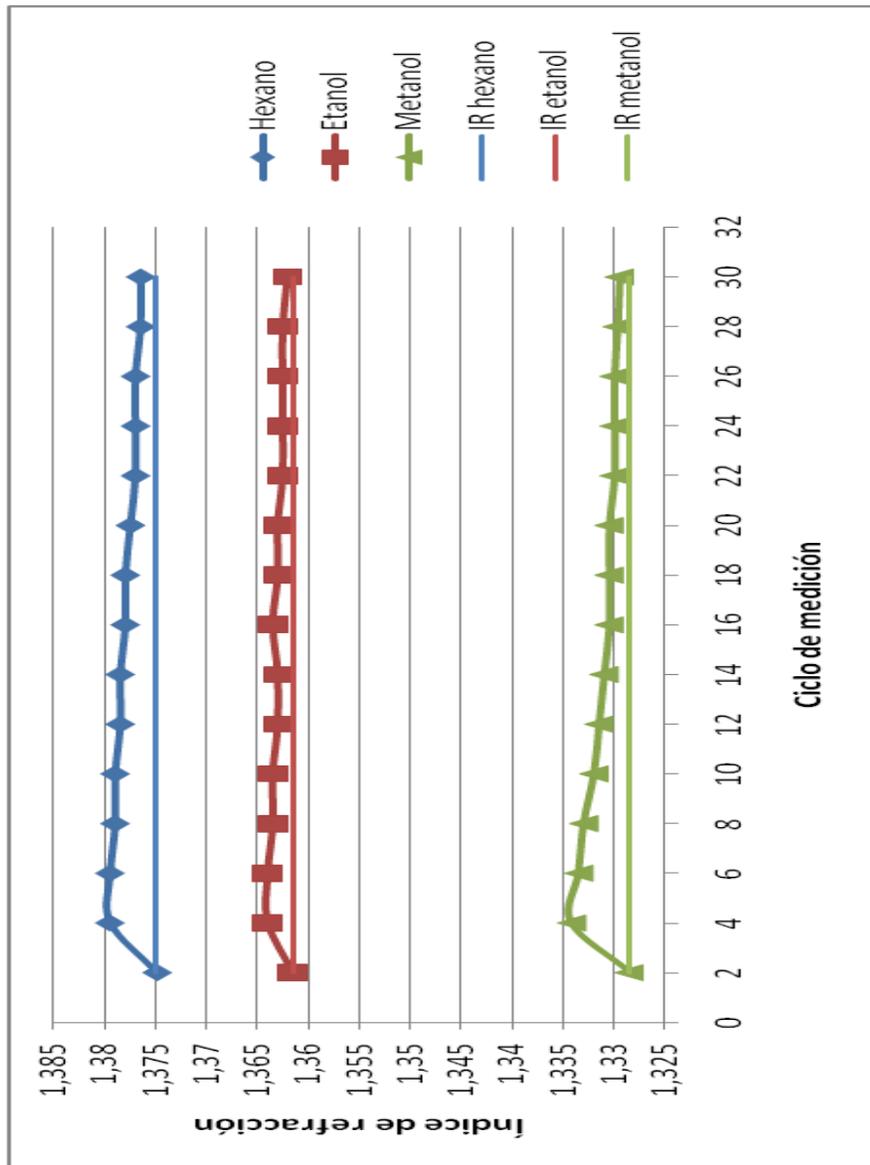
Fuente: análisis experimental.

Figura 35. **Monitoreo en función de los sólidos solubles totales del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado**



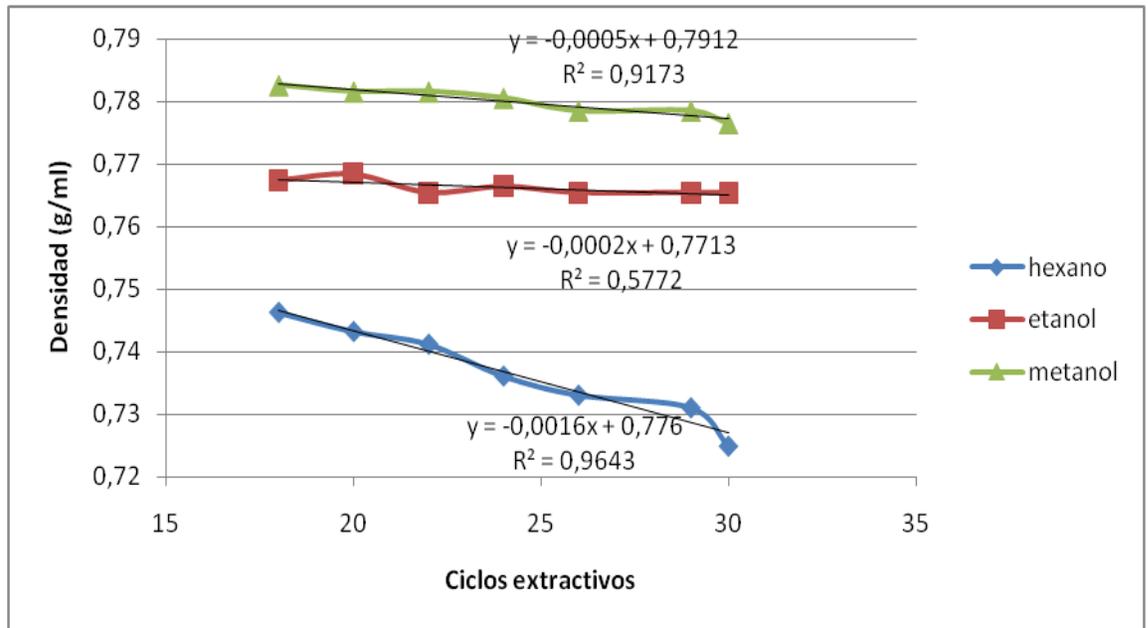
Fuente: análisis experimental.

Figura 36. **Monitoreo en función del índice de refracción del extracto lipídico obtenido de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) durante el proceso de lixiviación en función del solventes utilizado**



Fuente: análisis experimental.

Figura 37. **Correlación de la última etapa extractiva del proceso de lixiviación de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum L.*) mediante técnica Soxhlet**



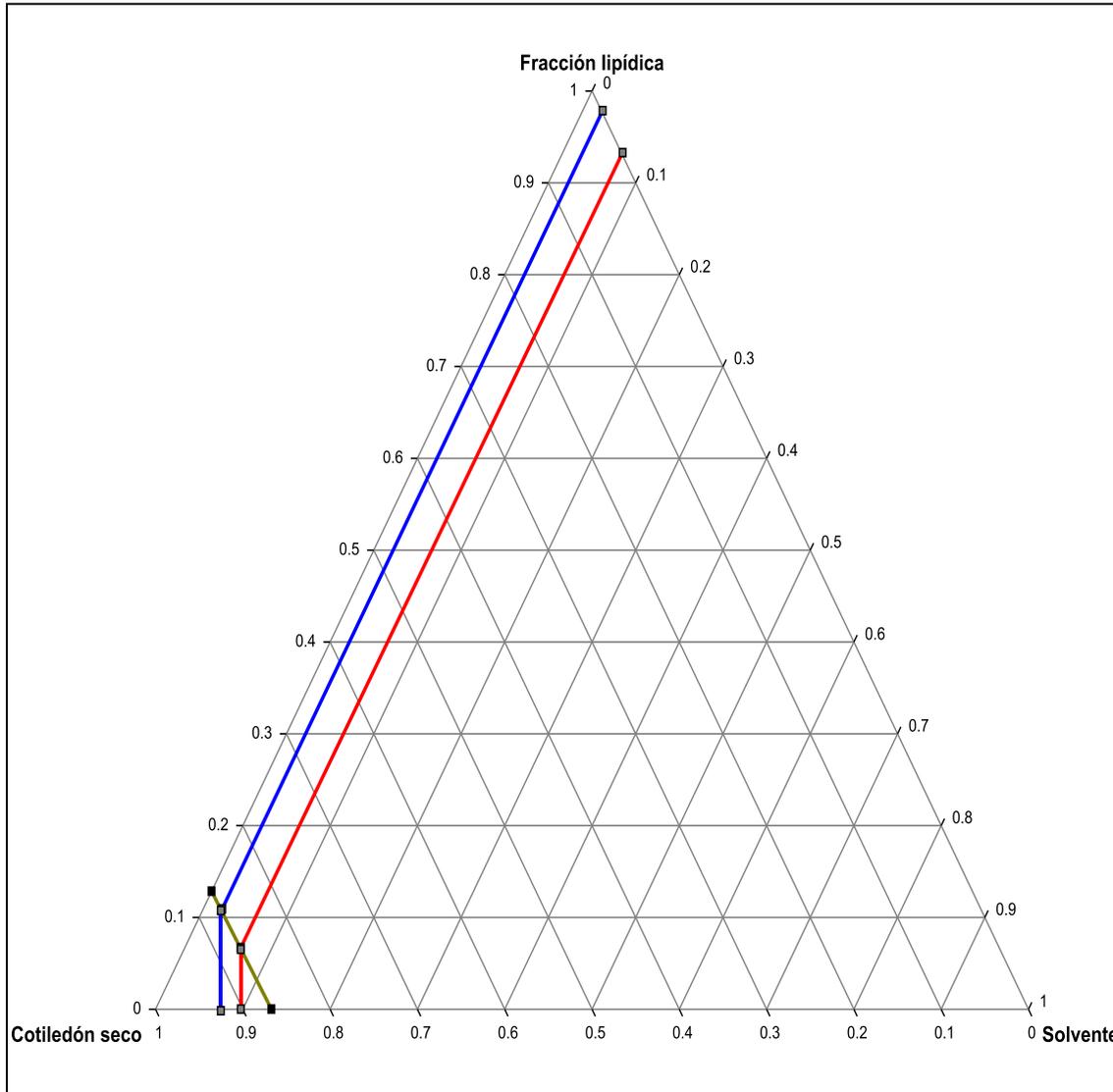
Fuente: análisis experimental.

Tabla XXVIII. **Número de ciclos óptimo para el agotamiento efectivo de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum L.*)**

Solvente	Metanol	Etanol	Hexano
Número óptimo de ciclos extractivos	39	35	45
Densidad luego del número óptimo de ciclos	0.7717	0.7643	0.704

Fuente: análisis experimental.

Figura 38. Diagrama del sistema ternario correspondiente a la extracción de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando técnica soxhlet para los diferentes solventes



	<b>Metanol</b>
	<b>Etanol</b>
	<b>Hexano</b>

Fuente: elaboración propia.

## 5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

En el presente trabajo de graduación se llevó a cabo una extracción sólido-líquido, a nivel laboratorio, con la finalidad de obtener la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), a la cual se le realizó la evaluación y comparación de los diferentes efectos en el rendimiento de extracción que ocasiona el utilizar distintos solventes. Así como también se evaluaron propiedades fisicoquímicas y la caracterización de la semilla mediante el tamizaje fitoquímica y la cromatografía capilar de gases.

En primer lugar se analizaron los efectos producidos de tres diferentes solventes a sus temperaturas de ebullición, estos fueron metanol (64.7°C) cuya constante dieléctrica es 33.6, etanol (78.4°C) con una constante dieléctrica de 24.3 y hexano (68.85°C) cuya constante dieléctrica es 1.89 y todos los solventes al 100%.

La materia prima fue adquirida en el laboratorio Quimfica la cual fue recolectada del área de Chimaltenango. Una vez se obtuvieron las semillas, se procedió a comprobar que la humedad de la misma se encontrara en el rango especificado (menor al 10%). Una vez deshidratada, se procedió a triturar la materia prima con un molino de cuchillas, hasta obtener partículas entre 1180 y 2000 micrones de tamaño.

Para determinar la relación soluto-solvente se realizó el aforo de la unidad extractora Soxhlet y se midió la cantidad de materia en el dedal, obteniendo la relación soluto-solvente de 0.75 g: 1.00 mL; utilizando 30 gramos de materia prima y 40 mililitros de solvente al aforo del sifón.

A continuación, se realizó la extracción sólido-líquido utilizando la técnica de extracción Soxhlet. Al realizar las extracciones se realizó el monitoreo mediante alícuotas de fracción lipídica recolectadas con jeringas clínicas y utilizando cristalería adecuada para la recopilación de datos. A través de este monitoreo se pudo observar que:

- Con el parámetro fisicoquímico de la densidad, en general se observa un aumento al inicio del proceso indicando la etapa de imbibición, posteriormente se identificaron pulsaciones las cuales ilustran distintas etapas específicas de extracción de los componentes solubles del fenogreco según su afinidad con el solvente, como se observa en la gráfica 31. Finalmente, se evidenció el agotamiento del material, mediante la densidad, ya que esta no presenta variaciones significativas en sus valores.
- En el monitoreo de los sólidos solubles totales se observa que al inicio del proceso es cuando se extraen más componentes; sin embargo, esta curva disminuye en función del tiempo hasta que se extrae una cantidad insignificante, como se observa en la figura 32.
- En el monitoreo del índice de refracción no se reflejan variaciones significativas en función del tiempo, pudiendo descartar este parámetro por no evidenciar claramente el proceso de extracción, como se observa en la figura 33.

Al finalizar las extracciones, se procedió a concentrar los extractos obtenidos utilizando un rota-evaporador con el cual se logró recuperar el solvente utilizado en la extracción y la fracción lipídica deseada.

A los datos obtenidos como resultado del monitoreo de las extracciones se les evaluó los límites de confianza con un 90%, con lo que se demostró la validez estadística de los mismos, utilizando el diagrama de Schewart, como se puede observar en las figuras 27-29. Este análisis demostró la confiabilidad estadística de los datos. Luego se procedió a aplicarles el análisis de varianza con lo que se pretendía conocer si existen diferencias significativas en el rendimiento de fracción lipídica en función del solvente, demostrando que las variaciones de solvente tienen efecto en los resultados, ya que en base a esto existen diferencias significativas entre los rendimientos de extracción de cada uno de los solventes.

De los datos obtenidos, se puede observar que el solvente que presenta el mayor rendimiento de extracción de fracción lipídica es el metanol ( $13.5 \pm 0.55\%$ ), luego se encuentra el etanol ( $7.40 \pm 0.863\%$ ) y el que menor rendimiento tuvo fue el hexano ( $3.18 \pm 0.66\%$ ). Estos valores están relacionados con la constante dieléctrica de cada solvente, las cuales son metanol 33.6, etanol 24.3 y hexano 1.89. A través de esto se puede determinar que el solvente que más extrajo fue el más polar, por consiguiente el que posee la constante dieléctrica más elevada.

Adicionalmente, se realizó el estudio fitoquímico de los extractos obtenidos, mediante una prueba de cromatografía en capa fina, para determinar la presencia de metabolitos secundarios y su variación respecto al solvente utilizado, sin embargo en todos los extractos obtenidos se encontraron flavonoides, cumarinas, saponinas y aceites esenciales, sin importar el solvente extractor. Estos resultados de la cromatografía en capa fina se pueden tomar como un punto de partida o una línea de tendencia, acerca de las familias de metabolitos secundarios que posee la muestra, dichos resultados se puede observar en la tabla XXV.

Para poder confirmar los resultados de la cromatografía en capa fina y obtener resultados más específicos, se gestionó la realización de un análisis por cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas con base de datos (CGC/MS/DS). De esta prueba se obtuvieron cromatogramas para cada una de las muestras, con lo que se puede determinar que el metanol cuya constante dieléctrica es más alta, el metabolito secundario que más extrajo fue el captopril. El etanol, cuya constante dieléctrica esta en un rango intermedio, lo que más extrajo fue cetobemidona y esteres ftálicos. Y el hexano cuya constante dieléctrica es la más baja, extrajo en mayor cantidad esteres ftálicos. Esto se pueden observar en la tabla XXIII. Estos metabolitos secundarios identificados en la cromatografía capilar de gases se investigaron en fuentes de internet determinando que pueden tener usos muy importantes como para problemas del corazón (captopril) y como analgésico (cetobemidona).

Según la gráfica del monitoreo realizado a la densidad se determinaron las correlaciones para predecir el número de ciclos óptimo necesarios para el agotamiento efectivo de la materia, siendo estos 39 (metanol), 35 (etanol) y 45 (hexano).

Para finalizar podemos determinar que el solvente que mayor rendimiento de extracción tiene es el metanol, debido a su constante dieléctrica, sin embargo este al igual que el hexano posee una extracción de metabolitos secundarios muy selectiva, por consiguiente si no se posee un interés especial por algún metabolito es más recomendable utilizar como solvente extractor el etanol ya que este extrae una gran cantidad de metabolitos, haciendo la salvedad que el etanol extrae muy poca cantidad de cada uno de los metabolitos secundarios obtenidos, al contrario del metanol y hexano que extrae grandes cantidades de metabolitos específicos.

## CONCLUSIONES

1. Existen diferencias significativas en el rendimiento porcentual extraído de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), en función del solvente utilizado.
2. El solvente que presenta mayor rendimiento para la extracción de fracción lipídica es el metanol, luego el etanol y por último el hexano, esto se explica mediante variación de la constante dieléctrica que posee cada solvente.
3. Los metabolitos secundarios que se encontraron a través de la cromatografía en capa fina al analizar la fracción lipídica, son flavonoides, cumarinas, saponinas y aceites esenciales, independientemente del solvente extractor.
4. Mediante la cromatografía capilar de gases acoplada a espectrometría de masas se pudieron determinar una gran cantidad de metabolitos secundarios, siendo los más importantes, captopril (metanol), esteres ftálicos (hexano) y cetobemidona y esteres ftálicos (etanol).
5. El perfil de ácidos grasos demuestra que la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) presenta ácidos grasos saturados (entre C<sub>10</sub> y C<sub>16</sub>) e insaturados (linoleico).

6. El parámetro fisicoquímico más sensible y que permitió monitorear la evolución del proceso extractivo de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), fue la densidad en función de los ciclos extractivos.
  
7. Al construir el gráfico del sistema ternario correspondiente al método de extracción Soxhlet, a partir de los rendimientos porcentuales obtenidos de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), se pudo construir la línea de saturación para cada uno de los solventes utilizados.
  
8. Mediante el análisis por cromatografía capilar de gases acoplado a espectrometría de masas se observa que el metanol es el solvente con mayor rendimiento de extracción, sin embargo, al igual que el hexano, realizan una extracción muy selectiva de metabolitos secundarios, al contrario el etanol extrae una gran variedad de metabolitos secundarios.
  
9. Según la gráfica del monitoreo realizado a la densidad se determinaron las correlaciones para predecir el número de ciclos óptimo necesarios para el agotamiento efectivo de la materia, siendo estos 39 (metanol), 35 (etanol) y 45 (hexano).

## RECOMENDACIONES

1. Hacer un estudio más profundo acerca de los metabolitos secundarios extraídos con solventes polares como por ejemplo el captopril extraído con el metanol.
2. Realizar un estudio en el cual se evalúen las propiedades termodinámicas del solvente, tales como parámetros energéticos de interacción binaria. Con el cual se pueda tener información más completa con respecto a dicha semilla.
3. Evaluar métodos alternos de extracción sólido líquido como maceración dinámica a reflujo y percolaciones, para comparar rendimientos, utilizando mezclas acuosas de algunos solventes para sustituir los solventes tóxicos.
4. Evaluar el rendimiento de la fracción lipídica de la semilla del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), utilizando distintos solventes, a nivel planta piloto.
5. Si se desea realizar un estudio de investigación se recomienda utilizar solventes con polaridad intermedia para obtener una gran gama de metabolitos secundarios en la fracción lipídica extraída.



## BIBLIOGRAFIA

1. CÁCERES, Armando. *Plantas de uso medicinal en Guatemala*. Guatemala: Editorial Universitaria, 2009. 313 p. ISBN:978-99939-67-51-4.
2. GEANKOPLIS, Christie J. *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. Eroles, Antonio (trad.). 5a ed. México: Continental 1991. 760 p. ISBN: 968-26-0300-5.
3. MACARULLA, José M. & GOÑI, Felix M. *Biomoléculas*. España: Reverté, 1978. 208 p. ISBN: 9788429191844.
4. PERRY Robert H. *Manual del ingeniero químico*. 7a ed. España: McGraw-Hill, 2001. P. 18-1 – 18-165; 19-1 – 19-79. ISBN: 84-481-3008-1.
5. SHARAPIN, Nikolai. *Fundamentos de tecnología de productos fitoterapéuticos*. Colombia: Ciencia y Tecnología para el Desarrollo, 2000. 248 p. ISBN: 958-698-001-4.
6. TREYBAL, Robert E. *Operaciones de transferencia de masa*. 2a. ed. México: Pearson Educación, 1999. 857 p. ISBN: 9686046348.



## APÉNDICES

### A. FOTOGRAFÍAS

Planta y fruto Fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.)



Fuente: fichas.infojardin.com.

**Extracción de la fracción lipídica del fenogreco  
(*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando equipo  
de extracción Soxhlet**



Fuente: cámara SONY Cyber-shot 6.0 Mega Pixeles.

**Extracción en serie de la fracción lipídica del fenogreco  
(*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando equipo de  
extracción Soxhlet**



Fuente: cámara SONY Cyber-shot 6.0 Mega Pixeles.

**Monitoreo de la cantidad de sólidos solubles totales durante la obtención de la fracción lipídica del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando equipo de extracción Soxhlet**



Fuente: cámara SONY Cyber-shot 6.0 Mega Pixeles.

**Monitoreo del índice de refracción durante la obtención de la fracción lipídica del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) utilizando equipo de extracción Soxhlet**



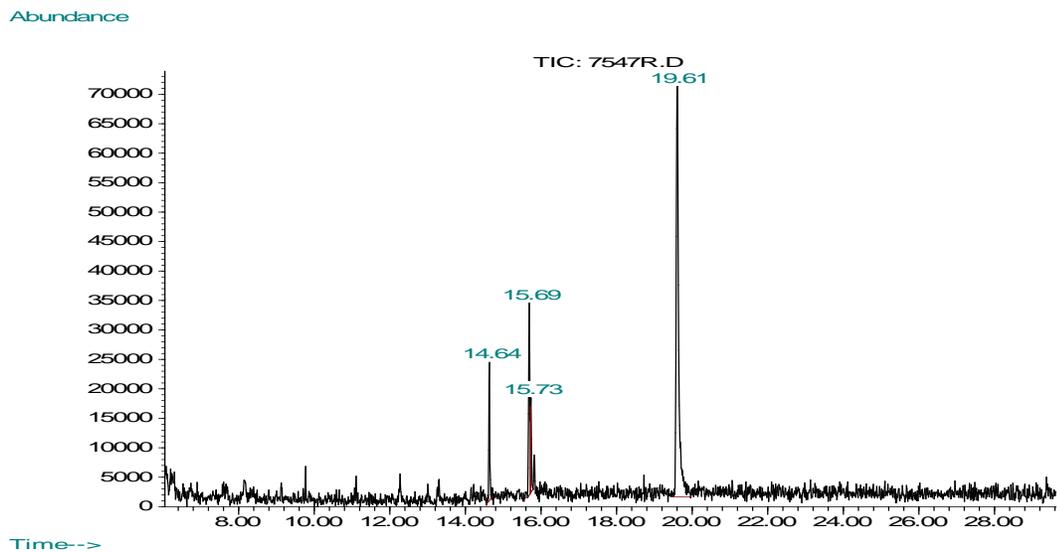
Fuente: cámara SONY Cyber-shot 6.0 Mega Pixeles.

**Fracción lipídica del fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.), obtenida a través de la destilación al vacío**



Fuente: cámara SONY Cyber-shot 6.0 Mega Pixeles.

**Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas  
(CGC/MS/DS): Obtención de fracción lipídica utilizando hexano  
absoluto**



Information from Data File:

File: C:\HPCHEM\1\DATA\7547R.D

Operator: mca

Date Acquired: 28 Jun 10 10:10

Method File: RAFAEL

Sample Name: 7547

Misc Info:

Vial Number: 1

Search Libraries: C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

Minimum Quality: 0

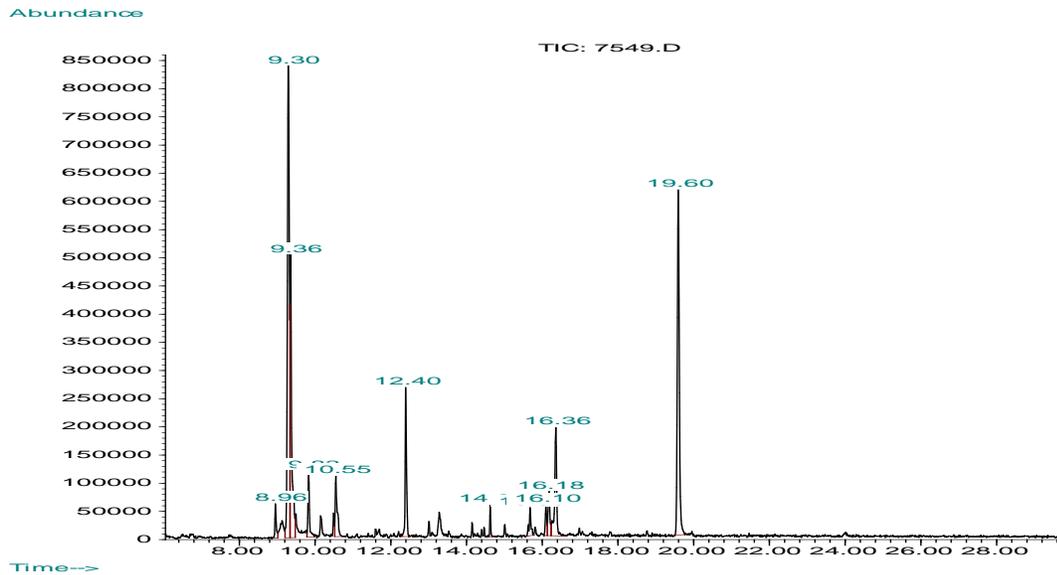
Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	14.64	9.21	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Pentadecanoic acid ME	3036	007132-64-1	56
			Lauric acid ME	2666	000111-82-0	50
			Palmitic acid ME	1801	000112-39-0	43
2	15.69	15.65	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			1-Methylethenylcyclopropane	3818	004663-22-3	7
			Cyclohexene	1629	000110-83-8	2
3	15.73	6.11	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Pyridine	1549	000110-86-1	4
			Captan	2614	000133-06-2	2
			1-Methylethenylcyclopropane	3818	004663-22-3	2
4	19.61	69.03	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Diisooctylphthalate	@ 723	027554-26-3	32
			Butyl-2-ethylhexylphthalate	@ 713	000085-69-8	25
			Butyloctylphthalate	@ 2361	000084-78-6	25

Wed Jul 07 11:57:58 2010

**Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas  
(CGC/MS/DS): Obtención de fracción lipídica utilizando  
alcohol etílico absoluto**



Information from Data File:

File: C:\HPCHEM\1\DATA\7549.D

Operator: mca

Date Acquired: 28 Jun 10 14:53

Method File: RAFAEL

Sample Name: 7549

Misc Info:

Vial Number: 1

Search Libraries: C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
1	8.96	1.42	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Thiocyclam -S	4084	000000-00-0	4
			2-Butene	3806	000107-01-7	3
			1-Butene	3807	000106-98-9	3
2	9.30	31.41	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Cetobemidone AC	1181	000000-00-0	2
			N-Acetyl-Proline ME	2708	000000-00-0	2
			Thiocyclam -S	4084	000000-00-0	1
3	9.36	15.44	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Octane	3782	000111-65-9	5
			2-Butene	3806	000107-01-7	3
			1-Butene	3807	000106-98-9	3
4	9.84	3.29	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Hymexazol	3645	010004-44-1	5
			PICC	3587	000000-00-0	2
			Diphenylpyraline	737	000147-20-6	2
5	10.55	4.00	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			IPCC -HCN	3586	000000-00-0	28
			PRCC -HCN	3600	022668-89-9	2
			Ornidazole -HCl	1835	000000-00-0	1

6 12.40 6.70 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Pholcodine-M (nor-) 2TMS 3528 000000-00-0 2  
Methamidophos 4088 010265-92-6 2  
Bencyclane-M isomer-2 2AC 2305 000000-00-0 2

7 14.63 0.99 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Pentadecanoic acid ME 3036 007132-64-1 50  
Capric acid ME 2665 000110-42-9 38  
Lauric acid ME 2666 000111-82-0 35

8 15.68 1.74 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Cyclohexene 1629 000110-83-8 1

9 16.11 1.37 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Linoleic acid 2551 000060-33-3 35  
Gabapentin -H2O 3112 000000-00-0 12  
Stearyl alcohol 2356 000112-92-5 6

10 16.18 2.68 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Propallylonal-M 2ME 925 000000-00-0 23  
Niclosamide ME 4155 000000-00-0 16  
Propallylonal-M (desbromo-HO-) 922 032038-73-6 12

11 16.36 7.52 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L  
Demeton-S-methylsulfone 3428 017040-19-6 37  
2-Methyl-1-pentene 3817 000763-29-1 9  
5-Methyl-1-hexene 3822 003524-73-0 7

12 19.59 23.45 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

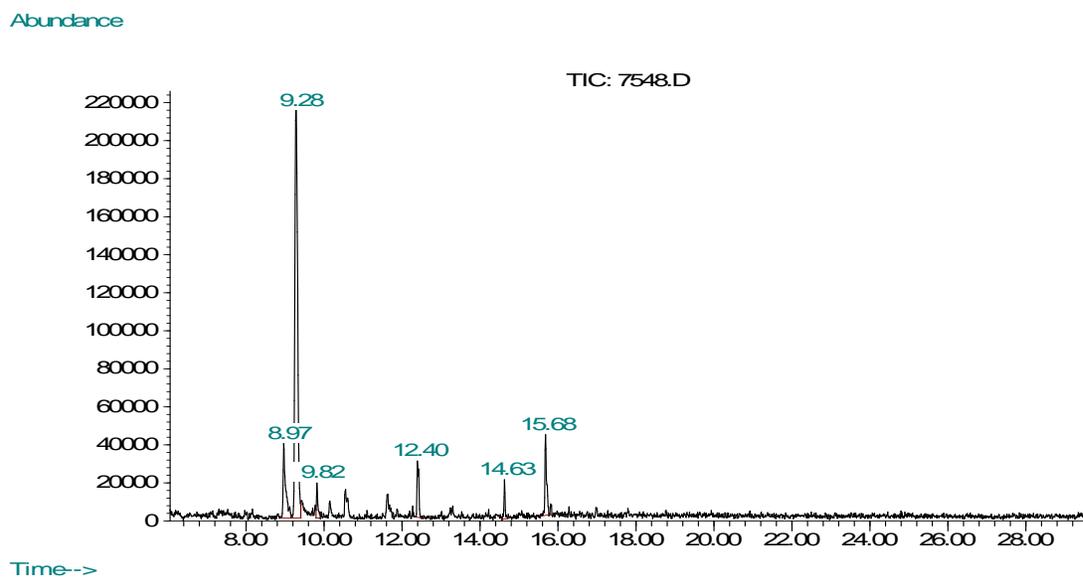
Diisooctylphthalate @ 723 027554-26-3 58

Butyl-2-methylpropylphthalate @ 2995 017851-53-5 25

Butyl-2-ethylhexylphthalate @ 713 000085-69-8 25

Wed Jul 07 12:02:31 2010

**Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas  
(CGC/MS/DS): Obtención de fracción lipídica utilizando  
alcohol metílico absoluto**



Information from Data File:

File: C:\HPCHEM\1\DATA\7548.D

Operator: mca

Date Acquired: 28 Jun 10 12:08

Method File: RAFAEL

Sample Name: 7548

Misc Info:

Vial Number: 1

Search Libraries: C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L Minimum Quality: 0

Unknown Spectrum: Apex

Integration Events: Chemstation Integrator - autoint1.e

Pk#	RT	Area%	Library/ID	Ref#	CAS#	Qual
-----	----	-------	------------	------	------	------

---

1	8.97	11.30	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			2-Butene	3806	000107-01-7	3
			1-Butene	3807	000106-98-9	3
			3-Methylhexane	3820	000589-34-4	2
2	9.28	68.70	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			2-Butene	3806	000107-01-7	5
			1-Butene	3807	000106-98-9	3
			Captopril ME	3005	000000-00-0	2
3	9.82	2.97	C:\DATABASE\PMW_TOX2.L			
			Hymexazol	3645	010004-44-1	9
			PICC	3587	000000-00-0	7
			Chlorcyclizine	@ 670	000082-93-9	1

4 12.40 6.07 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

Ornidazole 1834 016773-42-5 12

Phenol 4219 000108-95-2 9

Ethinamate 756 000126-52-3 6

5 14.64 2.72 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

Lauric acid ME 2666 000111-82-0 40

Pentadecanoic acid ME 3036 007132-64-1 36

Myristic acid ME 1141 000124-10-7 36

6 15.68 8.24 C:\DATABASE\PMW\_TOX2.L

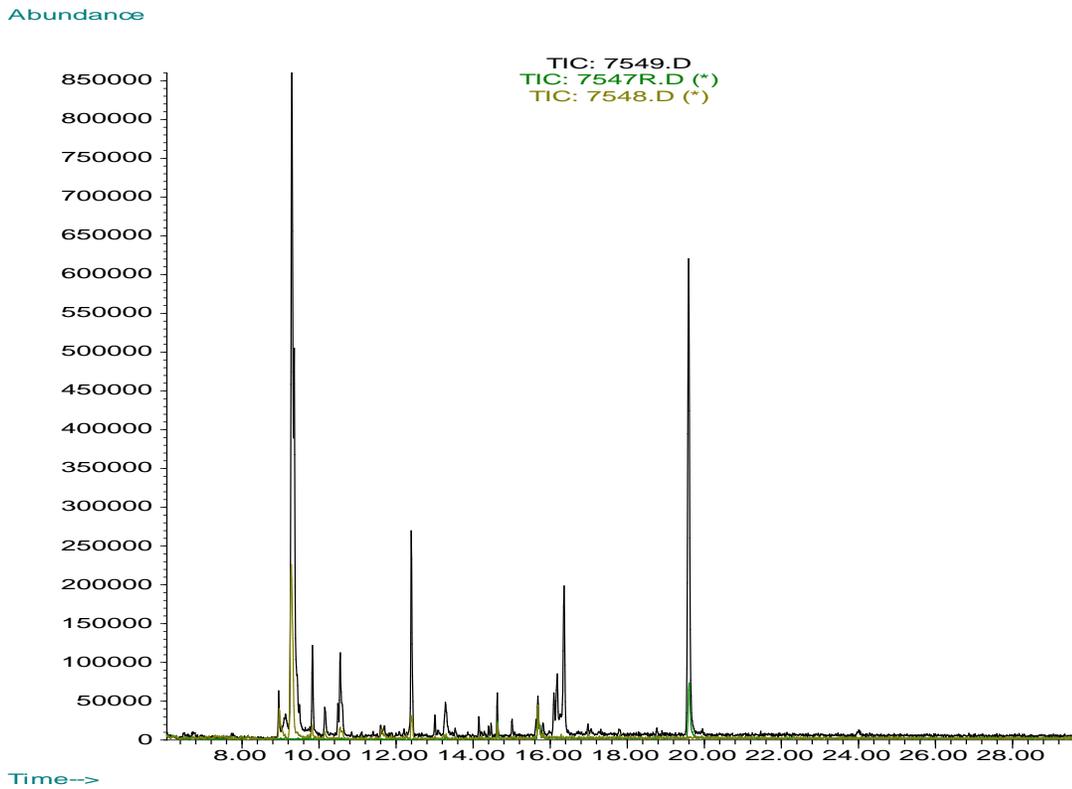
Cyclohexene 1629 000110-83-8 2

1-Methylethenylcyclopropane 3818 004663-22-3 2

Pentetrazole 835 000054-95-5 1

Wed Jul 07 11:59:45 2010

**Cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas  
(CGC/MS/DS): obtención de fracción lipídica comparando todos los  
solventes utilizados**



## B. MUESTRA DE CÁLCULO

Cálculo de la densidad del extracto etanólico:

Para determinar la densidad del extracto metanólico es necesario tomar medición de masa y volumen utilizando un picnómetro. Con la siguiente ecuación:

$$\rho = \frac{\text{Masa total (g)} - \text{Tara (g)}}{\text{Volumen (mL)}} \quad (\text{Ecuación No.})$$

Ejemplo:

Datos obtenidos para la medición de la densidad del extracto metanólico obtenido en un proceso de lixiviación utilizando el equipo de extracción Soxhlet:

Masa Total	4.885 g
Tara	4.094 g
Volumen	0.989mL

Utilizando la Ecuación No :

$$\rho = \frac{4.885 (g) - 4.092(g)}{0.989 (mL)}$$

$$\rho = 0.7715 \text{ g/mL}$$

Cálculo del porcentaje de rendimiento de la fracción lipídica:

Para determinar el porcentaje de rendimiento se requieren dos datos específicos, el primero es la masa de la materia prima utilizada en el proceso extractivo y el segundo es la masa de la fracción lipídica recuperada, luego se utiliza la siguiente ecuación:

$$\%Rendimiento = \frac{Masa\ de\ Materia\ Prima - Masa\ de\ fracción\ lipídica(g)}{Masa\ de\ materia\ prima(g)} \times 100 \text{ (Ecuación No.)}$$

Ejemplo:

Datos obtenidos para la determinación del porcentaje de rendimiento de la fracción lipídica obtenido en un proceso de destilación al vacío utilizando un rota-evaporador:

Masa de Materia Prima	30.007 g
Masa de Fracción Lipídica	4.0653g

Utilizando la Ecuación 5:

$$\%Rendimiento = \frac{4.0653 (g)}{30.007 (g)} \times 100$$

$$\%Rendimiento = 13.55\%$$

Cálculo de la cantidad de sólidos solubles totales presentes durante el proceso de lixiviación:

$$SST = Masa\ Total\ (g) - Tara\ (g) \quad (\text{Ecuación No.6})$$

Ejemplo:

Datos obtenidos para conocer la cantidad de sólidos solubles totales presentes durante el proceso de lixiviación utilizando un equipo de extracción Soxhlet:

Masa Total	1.279 g
Tara	1.251 g

Utilizando la Ecuación 6:

$$SST = 1.279\ (g) - 1.251\ (g)$$

$$SST = 0.028\ g$$

## C. DATOS CALCULADOS

**Densidad de los extractos alcohólicos y hexánicos obtenidos de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) a través de la Lixiviación mediante la técnica Soxhlet**

Nombre	Masa Extracto (g)	Volumen Picnómetro (mL)	Densidad del Extracto (g/mL)	Media (g/mL)	Desviación estándar (g/mL)
MetOH I	0.775	0.989	0.784	0.785	± 0.00229
MetOH II	0.774	0.989	0.783		
MetOH III	0.775	0.989	0.783		
MetOH IV	0.776	0.989	0.785		
MetOH V	0.780	0.989	0.788		
EtOH I	0.759	0.989	0.767	0.768	± 0.00178
EtOH II	0.759	0.989	0.767		
EtOH III	0.759	0.989	0.768		
EtOH IV	0.76	0.989	0.768		
EtOH V	0.763	0.989	0.772		
Hex I	0.733	0.989	0.742	0.744	± 0.00292
Hex II	0.734	0.989	0.742		
Hex III	0.736	0.989	0.744		
Hex IV	0.741	0.989	0.749		
Hex V	0.735	0.989	0.743		

Fuente: muestra de cálculo.

**Sólidos solubles totales obtenidos de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) a través de la Lixiviación mediante la técnica Soxhlet**

<b>Nombre</b>	<b>Sólidos Solubles Totales (g)</b>	<b>Media (g)</b>	<b>Desviación estándar</b>
<b>MetOH I</b>	0.008	0.00678	± 0.0007328
<b>MetOH II</b>	0.007		
<b>MetOH III</b>	0.006		
<b>MetOH IV</b>	0.006		
<b>MetOH V</b>	0.006		
<b>EtOH I</b>	0.003	0.00378	± 0.0002729
<b>EtOH II</b>	0.004		
<b>EtOH III</b>	0.004		
<b>EtOH IV</b>	0.004		
<b>EtOH V</b>	0.004		
<b>Hex I</b>	0.004	0.00371	± 0.0004891
<b>Hex II</b>	0.004		
<b>Hex III</b>	0.004		
<b>Hex IV</b>	0.003		
<b>Hex V</b>	0.003		

Fuente: muestra de cálculo.

**Índice de refracción obtenidos de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco (*Trigonella foenum-graecum* L.) a través de la Lixiviación mediante la técnica Soxhlet**

<b>Nombre</b>	<b>Índice de refracción</b>	<b>Media (g)</b>	<b>Desviación estándar</b>
<b>MetOH I</b>	1.3309	1.3311	± 0.0006498
<b>MetOH II</b>	1.3313		
<b>MetOH III</b>	1.3304		
<b>MetOH IV</b>	1.3309		
<b>MetOH V</b>	1.3321		
<b>EtOH I</b>	1.3627	1.3628	± 0.0002505
<b>EtOH II</b>	1.363		
<b>EtOH III</b>	1.3631		
<b>EtOH IV</b>	1.3629		
<b>EtOH V</b>	1.3625		
<b>Hex I</b>	1.3775	1.3775	± 8.443E-05
<b>Hex II</b>	1.3775		
<b>Hex III</b>	1.3775		
<b>Hex IV</b>	1.3777		
<b>Hex V</b>	1.3774		

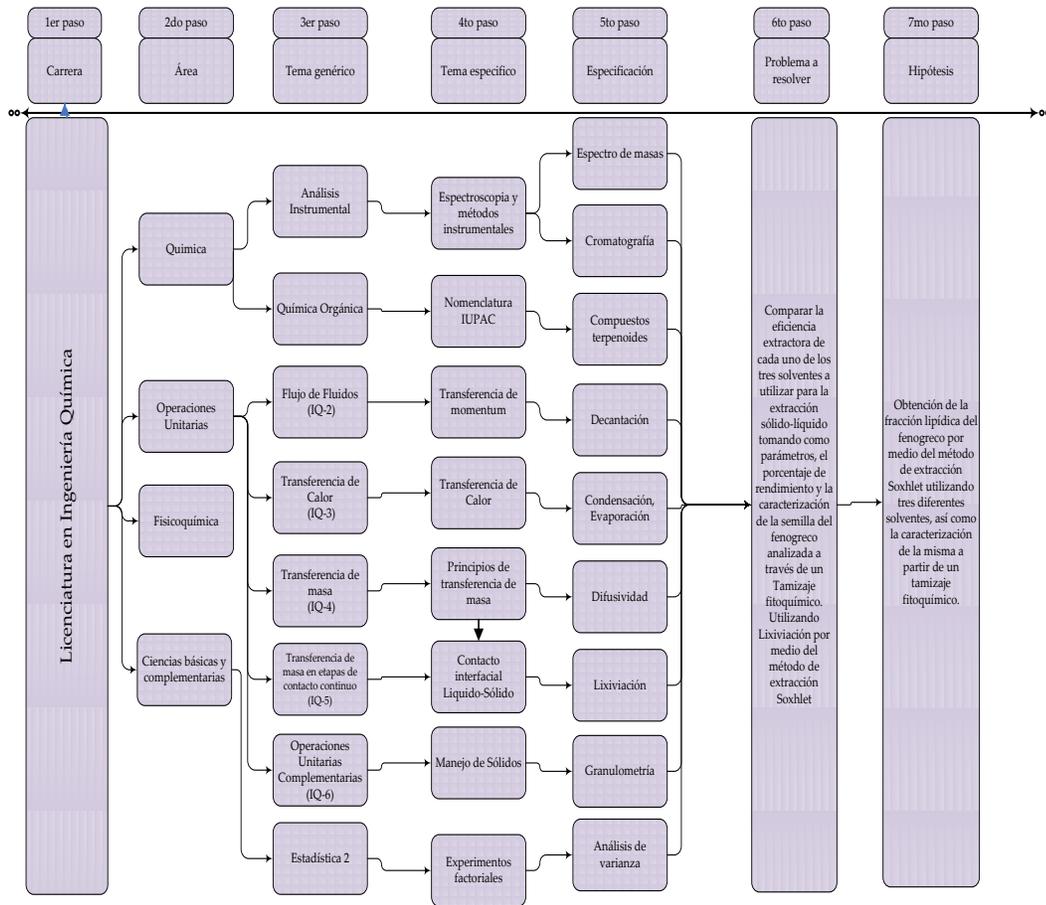
Fuente: muestra de cálculo.

**Rendimiento porcentual de la fracción lipídica de la semilla de fenogreco  
(*Trigonella foenum-graecum* L.) a través de la Lixiviación mediante la  
técnica Soxhlet**

Nombre	Materia Prima (g)	Materia Seca (g)	Fracción Lipídica (g)	Rendimiento (%)	Media (%)	Desviación estándar
MetOH I	30.007	26.635	4.0653	13.55	13.50	± 0.5494
MetOH II	30.007	26.154	4.2029	14.01		
MetOH III	30.004	26.269	4.2148	14.05		
MetOH IV	30.006	26.882	3.8388	12.79		
MetOH V	30.005	26.891	3.9345	13.11		
EtOH I	30.001	27.363	2.5917	8.64	7.40	± 0.8631
EtOH II	30.015	27.684	2.0096	6.70		
EtOH III	30.001	27.761	2.2851	7.62		
EtOH IV	30.004	27.955	2.2748	7.58		
EtOH V	30.004	28.194	1.9407	6.47		
Hex I	30.012	28.653	1.226	4.09	3.18	± 0.66
Hex II	30.004	28.4521	0.8754	2.92		
Hex III	30.014	28.1564	1.0512	3.50		
Hex IV	30.003	28.6587	0.9173	3.06		
Hex V	30.014	28.0512	0.697	2.32		

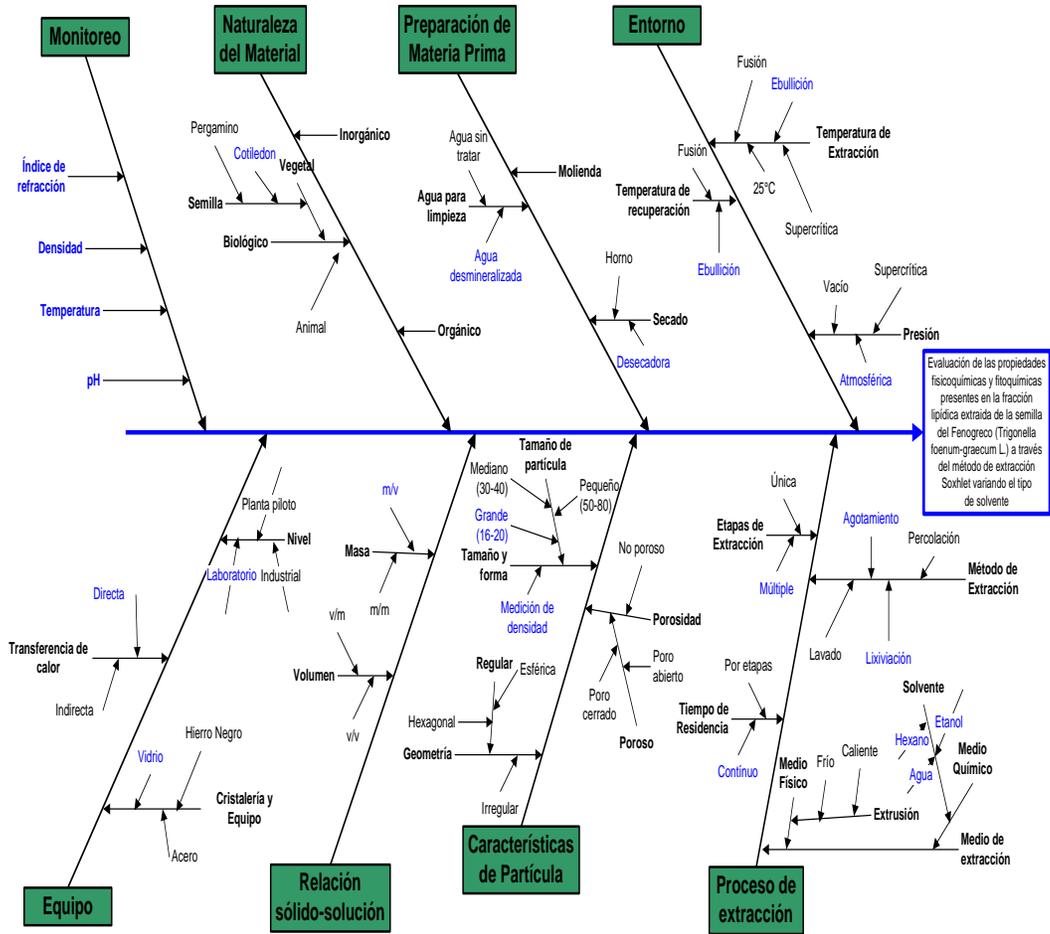
Fuente: muestra de cálculo.

## D. Tabla de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

## E. Diagrama de Ishikawa



Fuente: elaboración propia.