



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

**DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN
UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA
EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE
(*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES**

Carlos Andrés Polanco Vásquez

Asesorado por el Ing. César Alfonso García Guerra

Guatemala, octubre de 2016

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN
UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA
EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE
(*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

CARLOS ANDRÉS POLANCO VÁSQUEZ
ASESORADO POR EL ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA GUERRA

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, OCTUBRE DE 2016

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Raúl Eduardo Ticún Córdova
VOCAL V	Br. Henry Fernando Duarte García
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADOR	Ing. Otto Raúl de León de Paz
EXAMINADOR	Ing. Jorge Emilio Godínez Lemus
EXAMINADOR	Ing. Víctor Herbert de León Morales
SECRETARIA	Inga. Marcia Ivonne Véliz Vargas

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:

**DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN
UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA
EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE
(*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha de octubre de 2014.

Carlos Andrés Polanco Vásquez



Guatemala, 19 de Febrero del 2016.

Ingeniero:
Carlos Salvador Wong Davi
Director Escuela Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala
Presente

Ingeniero Wong:

Con un cordial saludo me dirijo a usted para informarle que he asesorado y aprobado el Informe Final de Trabajo de Graduación titulado: **"DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE (*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES"**. Elaborado por el estudiante de ingeniería química Carlos Andrés Polanco Vásquez con número de carné: 2003-12475. Considero que el Informe Final de Trabajo de Graduación desarrollado por el estudiante Polanco Vásquez, satisface los requisitos exigidos; por lo que solicito se sirva remitirlo para su respectiva revisión.

Agradezco a usted la atención a la presente.

Atentamente,

César Alfonso García Guerra
INGENIERO QUIMICO
COLEGIADO No. 145

Ing. César Alfonso García Guerra
ASESOR
PROFESOR TITULAR XII

CENTRO DE INVESTIGACIONES DE INGENIERÍA/CI





Guatemala, 31 de agosto de 2016.
Ref. EIQ.TG-IF.046.2016.

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **164-2009** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

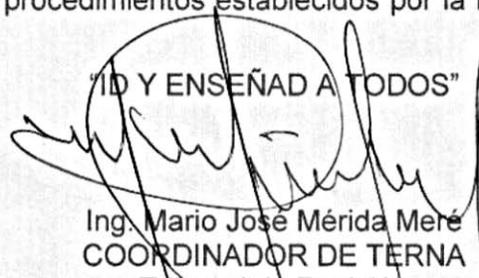
Solicitado por el estudiante universitario: **Carlos Andrés Polanco Vásquez**.
Identificado con número de carné: **2003-12475**.
Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE (*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **César Alfonso García Guerra**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"DID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. Mario José Mérida Meré
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo





Ref.EIQ.TG.065.2016

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 de la estudiante, **CARLOS ANDRÉS POLANCO VÁSQUEZ** titulado: **"DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE (*Cucumis melo L.*), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Carlos Salvador Wong Davi
Director
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, octubre 2016

Cc: Archivo
CSWD/ale

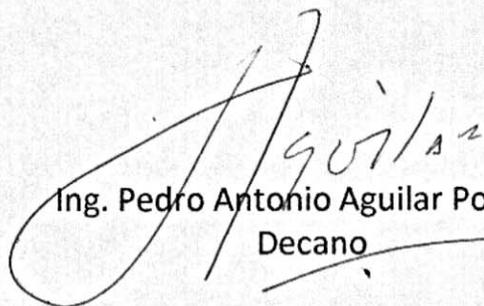




DTG. 540.2016

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: **DESARROLLO DE UN PROCEDIMIENTO EXTRACTIVO MEDIANTE LIXIVIACIÓN UTILIZANDO LA TÉCNICA SOXHLET PARA LA OBTENCIÓN DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA EXTRACTABLE CONTENIDA EN LA SEMILLA DE MELÓN VARIEDAD CANTALOUPE (Cucumis melo L.), A NIVEL LABORATORIO UTILIZANDO SOLVENTES NO POLARES**, presentado por el estudiante universitario: **Carlos Andrés Polanco Vásquez**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano



Guatemala, octubre de 2016

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

- Dios** Por llegar hasta este momento y haberme dado salud y fuerzas para cumplir uno de mis propósitos profesionales además de su infinita bondad y amor incondicional.
- Mi esposa** Ofelia María Palma Ramírez, mi mejor amiga, por tu apoyo siempre en todo momento. Te amo, este triunfo es tuyo.
- Mis hijos** Carlos Armando y Manuel Andrés, quienes motivan mis objetivos.
- Mis padres** Luis Armando Polanco e Hilda Marina Vásquez, gracias a ustedes es posible recibir este. Con sus esfuerzos y apoyo logramos juntos este éxito. Los quiero.
- Mi abuelita** Andrea Barrientos, eres el ángel que siempre me apoyó, preocupó, creyó en mí y fue gracias por sus oraciones, .
- Mis hermanos** Luis Gonzalo y Hugo Armando quienes siempre me han brindado su apoyo cuando los he necesitado.

Mi madrina

Elsa Alejandrina Lima, gracias por tu apoyo incondicionalmente me ha brindado sus mejores consejos,

AGRADECIMIENTOS A:

Dios	Por permitirme realizar uno de mis mayores sueños.
Universidad de San Carlos de Guatemala	Por ser mi casa de estudios y sentirme orgulloso de ser Sancarlista.
Mi esposa	Ofelia María Palma, por tu amor y apoyo incondicional..
Mis hijos	Carlos Armando y Manuel Andrés, mi luz e inspiración.
Mis padres	Luis Armando Polanco e Hilda Marina Vásquez, por su apoyo incondicional, paciencia, amor y consejos.
Mis hermanos	Luis Gonzalo y Hugo Armando, por su apoyo incondicional y consejos.
Mis primos	Carlos Humberto y Evelyn, gracias por su amistad, por sus experiencias y consejos. Los quiero mucho
Mis sobrinos	Andrea Michelle, Cristian Gonzalo, Ángel Francisco, Luis Andrés, José Carlos, Mario Alberto, Karla María y Ana Lucía, gracias por sus alegrías motivan a ser mejor cada día.

Mi madrina

Elsa Lima, parte importante de mi familia, por apoyarme en todo momento y brindarme sus consejos para la vida..

Mis amigos

Danilo Hernández, Mario Salguero, Consuelo Tenas, Alice Ortega, Glenda Silva, José Labín, Luis Méndez, Andrea Lehr, Luis Trabanino, Gabriela Maldonado, Fabiola Zúñiga, Jeny Santizo, Efraín Mazariegos, Daniel Matías, Paulo Vendrell, Keny López, Luis Carlos Jerez, José Urzúa, Nathaly Velásquez, Hugo Paredes, Gustavo Figueroa, Iván Palma, Clara Quintana, Katya Palma, Juan José Monroy, Marco Lemus, Ricardo Figueroa, Alejandro Blas, Cristian Alvarado, Julio Alvarado, Édgar Chávez, Rodrigo Padilla y Hugo Medrano. Gracias por su amistad y por los momentos que hemos compartido.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	IX
LISTA DE SÍMBOLOS	XV
GLOSARIO	XVII
RESUMEN.....	XXI
OBJETIVOS.....	XXIII
HIPÓTESIS.....	XXIV
INTRODUCCIÓN.....	XXV
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación	7
1.3. Determinación del Problema	8
1.3.1. Definición	8
1.3.2. Delimitación	8
2. MARCO TEÓRICO.....	11
2.1. Sustancias naturales puras y productos fitoterapéuticos	11
2.2. Melón.....	11
2.2.1. Tipos de Melón	14
2.2.1.1. Melón amarillo	14
2.2.1.2. Melón verde español	14
2.2.1.3. Melón Cantalupo.....	14
2.2.1.4. Melón Honeydew	17

2.2.1.4.1.	Grados de madurez comercial para el melón Honeydew	18
2.2.1.4.2.	Maduro fisiológicamente, inmaduro para consumo (sazón pero no maduro).....	18
2.2.1.4.3.	Maduro fisiológicamente y en proceso de maduración para consumo.....	18
2.2.1.4.4.	Maduro fisiológicamente con madurez para consumo.....	19
2.2.1.4.5.	Índices de calidad	19
2.2.1.4.6.	Melón Galia	19
2.2.1.4.7.	Melón de larga conservación	20
2.3.	Lípidos.....	20
2.3.1.	Definición.....	20
2.3.2.	Propiedades	21
2.3.2.1.	Físicas	21
2.3.2.2.	Químicas	21
2.3.2.2.1.	Reacción de esterificación	21

	2.3.2.2.2.	Reacción de saponificación.....	22
2.3.3.		Funciones	22
	2.3.3.1.	Funciones en los seres vivos.....	22
		2.3.3.1.1. Estructural	22
		2.3.3.1.2. Energética	23
		2.3.3.1.3. Protectora	23
		2.3.3.1.4. Transportadora.....	23
		2.3.3.1.5. Reguladora de metabolismo	23
2.3.4.		Ácidos grasos (lípidos saponificables).....	23
2.3.5.		Lípidos relacionados con ácidos grasos	27
	2.3.5.1.	Alcoholes superiores y ceras.....	27
	2.3.5.2.	Glicéridos simples.....	28
	2.3.5.3.	Fosfoglicéridos.....	31
	2.3.5.4.	Esfingenina, cerámicos y esfingofosfolípidos	34
	2.3.5.5.	Fosfoesfingolípidos.....	35
	2.3.5.6.	Esfingoflicolípidos	36
	2.3.5.7.	Prostaglandinas	37
2.3.6.		Lípidos no relacionados con ácidos grasos (No saponificables).....	37
	2.3.6.1.	Oleorresinas y aceites esenciales	38
		2.3.6.1.1. Calidad de los aceites ..	41
	2.3.6.2.	Terpenoides.....	42
	2.3.6.3.	Carotenoides	43
	2.3.6.4.	Esteroides.....	43
		2.3.6.4.1. Esteroles	44
		2.3.6.4.2. Ácidos y sales biliares ..	46

	2.3.6.4.3.	Hormonas esteroideas.....	46
	2.3.6.5.	Hidrocarburos.....	47
	2.3.6.6.	Lípidos pirrólicos	48
2.4.		Procesos de extracción sólido-líquido	49
2.5.		Escala de extracción sólido-líquido	49
2.6.		Transferencia de masa en extracción sólido-líquido	51
2.7.		Proceso de lixiviación.....	53
	2.7.1.	Mecanismo de lixiviación.....	54
	2.7.2.	Métodos de operación	56
2.8.		Naturaleza del material	57
	2.8.1.	Sustancias biológicas.....	57
	2.8.2.	Materiales inorgánicos y orgánicos	58
2.9.		Preparación del sólido.....	58
	2.9.1.	Procesamiento post-cosecha	63
2.10.		Materiales animales y vegetales	65
2.11.		Velocidad de lixiviación	66
2.12.		Métodos de extracción	67
3.		METODOLOGÍA	71
	3.1.	Variables	71
	3.1.1.	Variables del proceso extractivo.....	74
	3.1.1.1.	Características de las partículas	76
		3.1.1.1.1. Análisis de tamiz (Granulometría).....	78
	3.1.1.2.	Agitación.....	81
	3.1.1.3.	Temperatura de proceso	81
	3.1.1.4.	Naturaleza del solvente.....	81
	3.1.1.5.	Tiempo de extracción	82

3.1.1.6.	Relación sólido/líquido	83
3.1.1.7.	Etapas de extracción	84
3.1.1.8.	Temperatura del ambiente.....	85
3.1.1.9.	Humedad	85
3.1.1.10.	Presión Barométrica	86
3.1.2.	Procesos de Extracción	86
3.1.2.1.	Maceración	87
3.1.2.2.	Percolación.....	88
3.1.2.3.	Equipos de laboratorio para extracción sólido-líquido	89
3.1.2.3.1.	Aparato de extracción de Zulkowski.....	91
3.1.2.3.2.	Aparato de extracción de Drechsel	92
3.1.2.3.3.	Aparato de extracción de Tollens.....	93
3.1.2.3.4.	Aparato de extracción de Knorr.....	94
3.1.2.3.5.	Aparato de extracción de Wiley.....	95
3.1.2.3.6.	Aparato de extracción de Wollny.....	96
3.1.2.3.7.	Aparato de extracción de Scheibier.....	97
3.1.2.3.8.	Aparato de extracción de Auld y Pikle.....	98
3.1.2.3.9.	Aparato de extracción de Soxhlet	99

	3.1.2.3.10.	Aparato de extracción de Clausnizer y Wollny	101
	3.1.2.3.11.	Aparato de extracción de Jerwitz	102
3.1.3.		Monitoreo del proceso.....	103
	3.1.3.1.	Densidad	103
	3.1.3.2.	Pérdida de peso del sólido	103
	3.1.3.3.	Índice de refracción	104
	3.1.3.4.	Sólidos extractables	104
3.2.		Delimitación del Campo de Estudio.....	104
3.3.		Recursos Humanos Disponibles	105
3.4.		Recursos Materiales Disponibles	106
	3.4.1.	Localización.....	106
	3.4.2.	Equipo	106
	3.4.2.1.	Rotavapor.....	106
	3.4.2.2.	Refrigerador	107
	3.4.2.3.	Horno.....	108
	3.4.2.4.	Plancha de calentamiento de agitación	109
	3.4.2.5.	Bomba de vacío	110
	3.4.2.6.	Balanza	111
	3.4.2.7.	Refractómetro.....	112
	3.4.2.8.	Molino de cuchillas	113
	3.4.3.	Cristalería	113
	3.4.4.	Reactivos.....	114
	3.4.4.1.	Acetato de Etilo	114
	3.4.4.2.	Hexano	114
	3.4.5.	Equipo de Laboratorio	115

3.4.6.	Otros Instrumentos	115
3.5.	Técnicas Cuantitativas.....	115
3.5.1.	Análisis de la fracción Lipídica.....	116
3.5.1.1.	Cromatografía en fase gaseosa.....	116
3.5.1.2.	Cromatografía líquida de alta resolución	117
3.5.2.	Recolección de Datos.....	122
3.6.	Tabulación, Ordenamiento y Procesamiento de la Información.....	122
3.6.1.	Tabulación y Ordenamiento.....	122
3.6.1.1.	Diseño de tratamientos.....	123
3.6.1.2.	Diseño experimental	123
3.6.2.	Procesamiento.....	124
3.7.	Análisis Estadístico.....	125
3.8.	Plan de Análisis de los Resultados.....	126
3.8.1.	Métodos y Modelos de Datos Según Tipo de Variables.....	126
3.8.1.1.	Identificación de Variables.....	126
3.8.1.2.	Verificación de Preguntas de Investigación.....	127
3.8.1.3.	Verificación de los Objetivos.....	127
3.8.1.4.	Verificación de Hipótesis	128
3.8.2.	Programas a Utilizar para Análisis de Datos.....	128
4.	RESULTADOS	129
5.	INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS	147
	CONCLUSIONES	153

RECOMENDACIONES 155
BIBLIOGRAFÍA..... 157
APÉNDICES..... 161

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Cultivo de melón variedad Cantaloup (Cucumis Melo L.).....	12
2.	Melón Cantaloup	15
3.	Melón Honeydew	17
4.	Reacción de esterificación entre un ácido graso y un alcohol para dar un éster y agua	22
5.	Clasificación ácidos grasos	25
6.	Miscibilidad de anión carboxiliato con el agua para formar un jabón con poder detergente	27
7.	Numeración de los carbonos de Glicerol.....	29
8.	Ejemplo de un R-triacilglicerol.....	30
9.	cabeza hidrófila, 2-colas hidrófobas, A) fosfatidilcolina, B) fosfatidiletanolamina, C) fosfatidilserina D) representación esquemática de un fosfoglicérido con la cabeza hidrófila y las colas hidrófobas	32
10.	Estructura de los fosfoglicéridos	33
11.	Ceramidofosforilcolina, en forma de zwitterion.....	35
12.	β -Caroteno (Provitamina A).....	43
13.	Una cera esteroidea	45
14.	Esquema de la transferencia de masa en la extracción sólido-líquido.....	53
15.	Dependencia de los poros en la lixiviación de materiales biológicos ...	60
16.	Caracterización de los poros en la lixiviación de materiales biológicos	61

17.	Demostración gráfica de un poro muerto (difusión en un sólido poroso: poros tortuosos con bifurcación)	63
18.	Cuadros de Variables	71
19.	Tamizador del CII de la USAC	80
20.	Funcionamiento del análisis por tamizado	80
21.	Aparato de extracción de Zulkowski	91
22.	Aparato de extracción de Drechsel	92
23.	Aparato de Extracción de Tollens	93
24.	Aparato de Extracción de Knorr	94
25.	Aparato de Extracción de Wiley	95
26.	Aparato de extracción de Wollny	96
27.	Aparato de extracción de Scheibler	98
28.	Aparato de extracción de Auld y Pickle.....	99
29.	Extracción con soxhlet al momento que se produce el sifonamiento..	100
30.	Aparato de extracción de Clausnizer y Wollny.....	102
31.	Aparato de extracción de Jerwitz	103
32.	Rota-vapor	107
33.	Refrigerador	108
34.	Horno	109
35.	Plancha.....	110
36.	Bomba de vacío	111
37.	Balanza analítica.....	112
38.	Refractómetro	113
39.	Proceso de investigación: Desarrollo (parte 1)	120
40.	Proceso de investigación: Desarrollo (parte 2)	121
41.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón	130

42.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón.....	131
43.	Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón.....	131
44.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón	133
45.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón.....	133
46.	Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón	134
47.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	136
48.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	136
49.	Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	137
50.	Monitoreo de la densidad a 25°C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino.....	139
51.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino	139
52.	Monitoreo del índice de refracción a 25°C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino	140
53.	Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (<i>Cucumis melo L.</i>) mediante rotaevaporación a 25 °C (datos promedio).....	141

54.	Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (<i>Cucumis melo L.</i>) a 25 °C (datos promedio).....	142
55.	Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C (datos promedio)	143

TABLAS

I.	Ficha técnica del melón tipo Cantaloup	16
II.	Variables del proceso extractivo	72
III.	Procesos de extracción.....	73
IV.	Monitoreo del proceso	73
V.	Descripción de variables a manipular	74
VI.	Datos requeridos para un experimento utilizando como muestras el cotiledón, y el pergamino de la semilla de melón en una dirección con 2 tratamientos y ‘n’ repeticiones.....	124
VII.	Tabla de ANOVA para diseño experimental de un factor	126
VIII.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón	129
IX.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón	129
X.	Monitoreo del índice de refracción a 25°C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón	130
XI.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón.....	132
XII.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón	132

XIII.	Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	134
XIV.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	135
XV.	Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino	135
XVI.	Monitoreo de la densidad a 25°C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino	137
XVII.	Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino	138
XVIII.	Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino	138
XIX.	Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (<i>Cucumis melo</i> L.) mediante rotaevaporación a 25 °C (datos promedio).....	140
XX.	Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (<i>Cucumis melo</i> L.) a 25 °C (datos promedio)	141
XXI.	Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C (datos promedio).....	142
XXII.	Contenido de aceites volátiles por medio de cromatografía en capa fina	143
XXIII.	Contenido de saponinas por medio de cromatografía de capa fina ...	144
XXIV.	ANOVA: Porcentaje de fracción lipídica en función de la sección de la semilla (Rota-evaporación a 25 °C).....	145
XXV.	ANOVA: Porcentaje de extracción a 25°C	145
XXVI.	ANOVA: Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C	146

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
Cm	Centímetros
ρ	Densidad
°C	Grados Celsius
g	Gramos
H_a	Hipótesis alterna
H_o	Hipótesis nula
IR	Índice de Refracción
K	Kelvins
Kg	Kilogramos
lb	Libras
L	Litros
m	Metros
μg	Microgramos
μm	Micrómetros
mL	Mililitros
mm	Milímetros
nm	Nanómetros
No.	Número
%	Porcentaje
V	Volumen

GLOSARIO

Aceite esencial	Fracción líquida volátil generalmente destilable por arrastre con vapor de agua, que contiene las sustancias responsables del aroma de las plantas y que son importantes en la industria cosmética, de alimentos y farmacéutica.
Aceite fijo	El aceite fijo se obtiene de ciertas plantas que, a diferencia de los aceites esenciales, son grasos, densos y no volátiles.
Ácido graso	Molécula orgánica formada por una larga cadena hidrocarbonada, en cuyo extremo hay un grupo carboxilo.
ADN	Ácido desoxirribonucléico.
Alcohol	Derivado hidroxilado de un hidrocarburo parafínico o cicloparafínico, en donde el grupo OH está ligado a un átomo de carbono saturado.
Cotiledón	En el embrión de algunas plantas, parte que sirve de almacén de sustancias de reserva y que forma la primera hoja de dichas plantas. Hoja de la semilla; en general tiene una función de reservas en las monocotiledóneas. Primera hoja de un embrión.

Forma que aparece la primera hoja en el embrión de las plantas fanerógamas. Muchos de estos vegetales el embrión posee dos o más cotiledones.

Cromatografía

Técnica de separación que presenta distintas variables. En toda separación cromatográfica hay dos hay dos fases (sólida, líquida o gas) una móvil y otra estacionaria, que se mueven una respecto de la otra manteniendo un contacto íntimo. La muestra se introduce en la fase estacionaria y en la móvil se separan los componentes de la mezcla, pero invierten un tiempo diferente en recorrer cada una de las fases, con lo que se produce la separación.

Cromatografía de gases

Método 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.

Endocarpio

Tejido duro e impermeable que se forma en el interior de los frutos para proteger la semilla.

Expresión

Método de extracción que tiene como fin exprimir con máquina o a mano el material vegetal para la obtención de aceites.

Hibridación	Acción de fecundar variedades o especies diferentes para conseguir reproducir en el descendencia algunos de los caracteres parentales.
Injerto	Método de propagación vegetativa artificial en donde una porción de tejido procedente de una planta se une sobre otra de tal modo que crezca como un solo organismo.
LIEXVE	Laboratorio de investigación de extractos vegetales.
Lixiviación	Proceso en el cual se extrae solutos de un sólido, utilizando un disolvente líquido. Ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o solutos pueden difundirse desde el sólido a la fase líquida, lo que produce una separación de los componentes originales del sólido.
Metabolitos secundarios	Compuestos químicos sintetizados por las plantas que cumplen funciones no esenciales en ellas, de forma que su ausencia no es fatal para la planta, no tienen un rol directo en el crecimiento o reproducción.
Pergamino	Endocarpio.
Picnómetro	Recipiente calibrado para la determinación de densidades mediante pesado.

Saponificación	Reacción química entre un lípido saponificable (ácido graso) y una base o álcali.
Soxhlet	Es utilizado para la extracción de compuestos, generalmente de naturaleza lipídica, contenidos en un sólido, a través de un disolvente afín.
Tamizaje fitoquímico	Técnica que se utiliza para detectar metabolitos secundarios presentes en especies vegetales, cualitativamente y se basa en reacciones químicas con diferentes reactivos, donde la aparición de determinado color o precipitado coloreado indica la presencia de un determinado metabolito.

RESUMEN

El trabajo de investigación realizado consiste en el desarrollo de un procedimiento a escala laboratorio, que permite generar información técnica para la obtención de la fracción lipídica extractable de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*), mediante el monitoreo de los parámetros de medición (densidad, sólidos disueltos totales e índice de refracción) con fin de validar el procedimiento y establecer información de este extracto lipídico cuyo valor estratégico comercial puede impulsar un valor agregado al procesamiento agroindustrial del melón en nuestro país.

Mediante la utilización de dos solventes no polares se obtuvieron diferentes rendimientos extractivos de la fracción lipídica utilizando la técnica Soxhlet, siendo el mayor el del hexano y el más bajo fue el acetato de etilo.

Se determinó durante el proceso de extracción que el comportamiento de las propiedades fisicoquímicas como índice de refracción, sólidos disueltos totales y la densidad no se ven afectadas significativamente por el tipo de solvente utilizado.

Finalmente obtenida la fracción lipídica se determinaron sus propiedades fisicoquímicas, luego se caracterizó mediante tamizaje fitoquímico y se identificaron aceites volátiles, saponinas, triterpenoides y terpenos.

OBJETIVOS

General

Desarrollar el procedimiento de lixiviación mediante técnica soxhlet para la obtención de la fracción lipídica extractable de la semilla de melón variedad *Cantaloup (Cucumis melo L.)*, a nivel laboratorio utilizando solventes no polares.

Específicos

1. Monitorear el procedimiento de extracción mediante la técnica soxhlet para la obtención la fracción lipídica extractable de la semilla del melón variedad *Cantaloup (Cucumis melo L.)*, en función de dos tipos de solventes no polares.
2. Definir las propiedades fisicoquímicas como índice de refracción, sólidos disueltos totales y la densidad en función de cada solvente utilizado.
3. Comparar el porcentaje de rotavaporación, la fracción extractable, y la densidad de la fracción lipídica de la semilla del melón variedad *Cantaloup (Cucumis melo L.)* en función de cada solvente utilizado.
4. Identificar los componentes químicos de la fracción lipídica presente en la semilla del melón variedad *Cantaloup (Cucumis melo L.)* mediante la información generada por el tamizaje fitoquímico.

Hipótesis

Hipótesis de trabajo

El porcentaje de rotavaporación, la fracción extractable, y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla de melón tipo Cantaloup (*Cucumis melo L.*), extraída por la técnica soxhlet puede ser afectada significativamente por el tipo de solvente utilizado.

Hipótesis estadística

Hipótesis nula (H_0)

El porcentaje de rotavaporación, la fracción extractable, y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla de melón Cantaloup (*Cucumis melo L.*), extraída por la técnica Soxhlet no se ve afectada significativamente por el tipo de solvente que se utilice.

Hipótesis alterna (H_a)

El porcentaje de rotavaporación, la fracción extractable, y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla de melón *Cantaloup* (*Cucumis melo L.*), extraída por la técnica Soxhlet se observa afectada significativamente por el tipo de solvente que se utilice

INTRODUCCIÓN

La agricultura es importante, porque contribuye por ser un país agricultor crezca, por ello, que es importante investigar qué usos pueden llegar a tener cada una de las especies vegetales que se encuentran en la amplia biodiversidad que caracteriza nuestro país, entre esta se encuentran gran variedad de plantas medicinales y aromáticas en el melón, en Guatemala se describen dos especies sembradas las *Cantaloup* y *Honeydew*, son especies de piel fina con una pulpa color naranja, dulces y de aroma agradable.

Las plantas aromáticas han sido utilizadas, durante siglos, en el área culinaria, en perfumería, en medicamentos, siendo las oleorresinas uno de sus principales productos. Se propone en el siguiente trabajo de graduación la extracción y caracterización de la fracción lipídica a nivel laboratorio por medio de la técnica soxhlet que se obtiene de la semilla de melón *Cantaloup* (*Cucumis melo* L.), utilizando dos solventes no polares (acetato de etilo y hexano), determinando sus rendimientos además de las propiedades fisicoquímicas entre ellas: densidad, índice de refracción, sólidos extractables y la determinación de los metabolitos secundarios por medio del tamizaje fitoquímico.

Las muestras de las especies a utilizar serán recolectadas en la melonera que se encuentra en la finca el Platanar ubicada en el municipio de Asunción Mita, departamento de Jutiapa, y en distintos puntos de comercio del fruto que se encuentran ubicadas en el mercado municipal del municipio de Asunción Mita, departamento de Jutiapa.

Con base en los resultados que se obtienen de esta investigación, se busca desarrollar un procedimiento de lixiviación mediante la técnica soxhlet, evaluar el rendimiento de extracción efectiva de la fracción lipídica en función del tipo de solvente utilizado a nivel laboratorio y determinar los metabolitos secundarios por medio del tamizaje fitoquímico.

Así mismo se desea evaluar la efectividad de la técnica extractiva Soxhlet para ratificar la capacidad de agotamiento del sistema escogido en función del monitoreo de diferentes parámetros de seguimiento de la lixiviación.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

En el Centro de Investigaciones de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala se han realizado varios proyectos de investigación en extracción de aceites esenciales y extractos lipídicos de ajo, jengibre, eucalipto, cardamomo, romero y varios cítricos.

En 2002 la Inga. Telma Cano, Inga. Blanca Chávez , Ing. Jorge Godínez y David Monzón ejecutaron el proyecto 6-25, PUIDI-DIGI, denominado “Obtención y caracterización del aceite esencial y oleorresina 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 1 190 y 841 micrones y 15 % de humedad. Para la extracción de oleorresina se evaluaron dos factores: 3 tamaños de lote (15, 10 y 9 libras) y dos concentraciones de solvente (etanol (CH₃CH₂OH) al 95 % y 70 %). Se realizaron extracciones sucesivas a diferentes tiempos de maceración de la materia prima (36 horas, 48 horas y 72 horas), hasta llegar a agotamiento de la materia prima.

En el estudio también se evaluó las propiedades fisicoquímicas del aceite esencial y oleorresina. Se concluyó que el valor más alto 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 rendimiento total de oleorresina, efectuando la sumatoria de los rendimientos de las diferentes maceraciones para un tamaño fijo de lote fue 6,3 %, 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 estableció que los valores de rendimiento total de oleorresina 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 70 % fue de 7,0204 %, valor mayor al reportado en la literatura que es de 6 %.

Los valores promedio obtenidos del principio activo piperina en la oleorresina de pimienta negra son de 54,29 % utilizando alcohol etílico al 95 % y 58,65 % utilizando alcohol etílico al 70 %, valores cercanos al reportado en la literatura que está en el rango de 53-56 %. Finalmente, se concluyó que no existe diferencia significativa en los valores obtenidos de piperina en la oleorresina en función del tamaño de lote, tiempo de maceración y solvente utilizado.

En el 2002 el Ing. César García, Inga. Blanca Chávez, Licda. Ingrid Benítez e Ing. 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*) para su agro industrialización en Guatemala.

En tal investigación concluyeron que el rendimiento general promedio extraído de aceite esencial de rizoma de cúrcuma fresca (*Cúrcuma longa L.*) a nivel de laboratorio fue de 0,39 %, mientras que a nivel 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 (*Cúrcuma longa L.*) a nivel de planta piloto con tiempos de extracción de 0,74 % para propósito de un escalamiento preliminar. Además, el rendimiento general promedio de oleorresina extraída de rizoma de cúrcuma fresca (*Cúrcuma longa L.*) a nivel 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 metabolitos secundario por el análisis de cromatografía de gases (GC). También se establece que es recomendable la utilización de los curcuminoides como método de trazabilidad para monitorear la extracción de oleorresina a nivel de planta piloto debido a que se detectó las variaciones en la concentración de estos metabolitos secundarios tanto por métodos espectrofotométricos, como para detectar la presencia de la mezcla por cromatografía de capa fina (TLC).

Encontraron que las propiedades fisicoquímicas del aceite esencial extraído a nivel de planta piloto con 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 oleorresinas con dos solventes el efecto sinérgico de la mezcla de solventes glicerol/etanol de los resultados obtenidos a nivel de laboratorio, refleja una mejor capacidad extractiva que el etanol únicamente.

En el año de 2004, Julio López asesorado por la Inga. Telma Cano, en el Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC, realizó el estudio de tesis 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.

Tito Vides, asesorado por la Inga. Telma Cano, en octubre de 2005 en el Centro de Investigaciones de la facultad de Ingeniería de la USAC realizó la investigación de tesis denominada “Obtención y caracterización de oleorresina de clavo (*Eugenia caryophyllata*, Thunb), cultivado en Guatemala, a nivel planta piloto”.

La extracción se realizó por medio de maceración estática teniendo como variable el tiempo (12, 24, 36 hrs.) con la finalidad de determinar cuál era el tiempo apropiado a la vez de conocer la pureza del producto obtenido y conocer si existió la presencia de Eugenol. El análisis cromatográfico de capa fina, confirmó presencia del Eugenol, como el compuesto mayoritario, en las nueve extracciones; además que se determinó que no existe diferencia significativa en el rendimiento porcentual de oleorresina de clavo (*Eugenia caryophyllata*, Thunb) a diferentes tiempos de maceración.

En 2006 Nora Deulofeu asesorada por Inga. Telma Cano, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “Determinación del rendimiento de la oleorresina de tres distintas clases de cardamomo (*Elattaria cardamomum Maton*) cultivado en Alta Verapaz, extraída por maceración dinámica y dos solventes distintos, a nivel laboratorio”.

En esta investigación se determinó a través de un análisis cromatográfico de capa fina, los componentes mayoritarios de la oleorresina y a partir de cromatografía de gases acoplada con espectrometría de masa la cantidad de componentes mayoritarios de la oleorresina. Se utilizó como método de extracción maceración dinámica. Se obtuvo el mayor rendimiento con un valor de 6,3 % utilizando como solvente etanol.

En 2007 Glenda Rocío Luna Zúñiga asesorada por la Inga. Telma Maricela Cano, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “Análisis fisicoquímico y evaluación del rendimiento de extracción del aceite de semilla de morro (*crescentia alata hbk*) proveniente de las regiones de Estanzuela, Zacapa y San Agustín Acasaguastlán, El Progreso”.

En 2008 Edward Mario Guerrero Gutiérrez, asesorado por la Inga. Telma Maricela Cano, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizo la investigación de tesis titulada “Lixiviación parametrizada y caracterización fisicoquímica a nivel laboratorio del extracto colorante de la corteza de quebracho (*Lysiloma uritum (Schltd) Benth*) proveniente de Jocotán, Chiquimula” (12). Los resultados obtenidos demostraron que utilizando etanol al 70 % (v/v) se obtiene el mayor porcentaje de rendimiento de 27,17 % y cuando se utiliza agua destilada se obtiene el menor que es de 18,96 %.

En 2008 Lourdes María Ramírez Ovalle asesorada por la Inga. Telma Maricela Cano, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “Evaluación del rendimiento de extracción y caracterización del aceite fijo de café tostado tipo genuino antigua obtenido por el proceso de prensado”.

En 2009 Claudia Beatriz Montenegro Franco, asesorada por el Ing. César Alfonso García Guerra, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “Estudio experimental de la operación unitaria de separación sólido-líquido a nivel laboratorio, mediante la evaluación de diversos parámetros de interacción influyentes y de respuesta” (13).

Con base en los resultados obtenidos del monitorero se establece la existencia de un primer período en el que varía el pH de las soluciones extractoras por efecto de hidrólisis forzada sobre el coadyuvante y de acidificación intensa en el caso del agua. Después de dicho periodo el pH de las soluciones transcurre sin variación; diferenciando así dos etapas de extracción monitoreables.

En 2011, Romy Carlota Godínez Morales, asesorada por el Ing. César Alfonso García Guerra, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “Evaluación del rendimiento de extracción de la fracción lipídica en la semilla del melón variedad honeydew (*Cucumis melo* L.) mediante técnica de extracción soxhlet y la caracterización fisicoquímica y fitoquímica”.

1.2. Justificación

El desarrollo de un procedimiento mediante lixiviación soxhlet para la obtención de la fracción lipídica de la semilla del melón variedad *Cantaloup* (*Cucumis melo L.*) se realizará para:

- Monitorear la extracción realizada,
- Evaluar el rendimiento de obtención de la fracción lipídica,
- Identificar sus componentes químicos.

Al realizar el presente estudio de tesis se podrá contar con una herramienta más apropiada y científica, para evaluar si este tipo de especies agrícolas es adecuado el aprovechamiento de las semillas a nivel industrial para la preparación de aditivos de alimentos, jabones, biodiesel y una diversidad de productos que actualmente cuentan con una gran demanda en el mercado nacional e internacional y demostrar la necesidad de evaluar la técnica de monitoreo en el procedimiento Soxhlet a nivel laboratorio.

Se espera que esta investigación según los resultados obtenidos, contribuya con la industria alimenticia guatemalteca; a través de la generación de información técnica y la experiencia que se obtenga fomente en los empresarios agroindustriales guatemaltecos la atención hacia la técnica de la extracción, comercialización y aplicación de la fracción lipídica de la semilla del melón *Cantaloup* (*Cucumis melo L.*), lo anterior significa que la presente investigación contribuirá de una forma u otra al enriquecimiento y fortalecimiento de la investigación de productos naturales como alternativa para la industrialización de los recursos agrícolas de nuestro país y ampliar la cadena productiva de este fruto.

1.3. Determinación del Problema

La industria melonera en Guatemala ha crecido, por tanto es importante desarrollar un procedimiento de extracción mediante la técnica soxhlet, para poder utilizar los desechos que se generan, a continuación se plantea el problema detalladamente.

1.3.1. Definición

La lixiviación como operación unitaria puede estudiarse y evaluarse en distintos niveles: a nivel submicro, a nivel micro, a nivel macro y supermacro, entre otros.

Debido a la necesidad de industrializar procesos de obtención de extractos de origen natural, es importante realizar un estudio integral de este proceso. se busca definir sus parámetros óptimos de extracción, ya sea a nivel laboratorio, a nivel planta piloto como a nivel industrial.

Utilizando dos solventes no polares para el proceso extractivo por medio de la técnica Soxhlet.

¿Cuál de los dos solventes no polares utilizados en el proceso de lixiviación mostrará un mejor rendimiento para realizar la extracción de la fracción lipídica de la semilla de melón *Cantaloup (Cucumis melo L.)*?

1.3.2. Delimitación

Se utilizará la técnica soxhlet para la obtención de la fracción lipídica extractable de la semilla de melón *Cantaloup (Cucumis melo L.)*, utilizando dos

solventes distintos no polares (acetato de etilo y hexano) a nivel laboratorio, se analizará la metodología adecuada para la extracción, así como las variables de respuesta que definirán las condiciones para poder realizar un escalamiento a nivel planta piloto y luego a nivel industrial de una manera adecuada.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Sustancias naturales puras y productos fitoterapéuticos

Los productos de origen natural puros se definen por su estructura química y son identificados por el análisis químico. Los productos fitoterapéuticos tienen composición química variable y, por consiguiente, son definidos por el proceso de extracción. Siendo así, dos factores de importancia fundamental en la industrialización de productos fitoterapéuticos: la calidad de la materia prima utilizada y la opción para seleccionar el disolvente para la extracción (1).

2.2. Melón

El melón (*Cucumis melo L.*) es una planta herbácea monoica de tallos rastreros. Se cultiva por su fruto, una baya de temporada veraniega con un gran contenido de agua y de sabor dulce (1).

La planta posee tallos blandos y pilosos que crecen a ras de suelo. Sus hojas tienen peciolo acanalado y son palmadas, es decir, su aspecto es semejante al de una mano. Las flores son amarillas y cada una tiene un solo sexo.

En la figura 1 se tiene una apreciación de la planta y el fruto en su forma habitual.

Figura 1. **Cultivo de melón variedad Cantaloup (Cucumis Melo L.)**



Fuente: elaboración propia.

La forma del fruto va desde forma esférica hasta elipsoidal. En los llamados *melones plátano* existen ondulaciones que los hacen parecer una calabaza. Su tamaño es dependiente de la variedad y de las condiciones de cultivo. De este modo, hay melones pequeños que pesan alrededor de 400 g y otros muy grandes que pueden pesar 20 kg o más. En las variedades más usadas, habitualmente los pesos fluctúan entre más de medio kilo y menos de cinco.

El color de la epidermis y de la pulpa es variable según el grupo. La epidermis puede ser blanca, gris, verdosa o amarilla y de textura lisa, rugosa o reticulada. La pulpa es aromática, con textura suave y diferentes colores: amarillo, verde, rosado y tonos intermedios. En el centro hay cavidad que contiene muchas semillas recubiertas de una sustancia pegajosa.

Dentro de las cucurbitáceas, el melón es más exigente en temperatura que los zapallos (*Cucurbita* spp.) y menos que la sandía (*Citrullus vulgaris*).

Necesita por lo menos 15 °C para germinar; la siembra se hace durante el período libre de heladas y al aire libre, a mediados de primavera. Para desarrollarse y fructificar adecuadamente requiere que la temperatura media se mantenga por encima de los 24 °C durante los tres meses posteriores a la germinación.

Al regar debe evitarse que el agua toque las hojas, pues es fácil que se pudra la planta; por eso no se siembra en bancales y se prefiere hacer riego por surcos. También se puede cultivar en terrenos de secano e incluso los frutos pueden resultar más sabrosos, pero los rendimientos potenciales son menores. Es necesario hacer *despulgue* (raleo de hojas) para evitar que crezca muy vigorosa y produzca demasiadas flores masculinas y pocas femeninas, que van a originar los frutos. En invernadero se cultivan melones que producen precozmente. Estas plantas crecen verticalmente y se sostienen con la ayuda de cuerdas.

El fruto no debe cosecharse hasta que la madurez esté asegurada, y el contenido de azúcar sea lo suficientemente elevado. Al tacto ésta se percibe cuando la corteza alrededor del pedúnculo cede ligeramente a la presión de los dedos; el peso específico del melón también es un índice característico, aumentando a medida que la madurez incrementa la densidad de la pulpa.

Sufre el ataque de varios hongos del suelo y también del oidio o *mal blanco* (*Sphaerotheca pannosa*), que puede controlarse con fungicidas que no contengan azufre, pues es muy sensible a este elemento.

2.2.1. Tipos de Melón

Según el tipo de melón, estos pueden ser de diferentes colores tanto su cáscara, como su pulpa al igual que su tamaño, peso y forma, aunque generalmente suelen ser de forma redonda u oblonga, a continuación se detallan algunos de los tipos más consumidos.

2.2.1.1. Melón amarillo

Dentro de este grupo existen dos tipos: el Amarillo canario y el Amarillo oro. El primero es de forma más oval y algo más alargado. La piel del fruto es lisa y de color amarillo en la madurez, sin escriturado. La pulpa es blanca, crujiente y dulce (12-14°Brix) (1).

2.2.1.2. Melón verde español

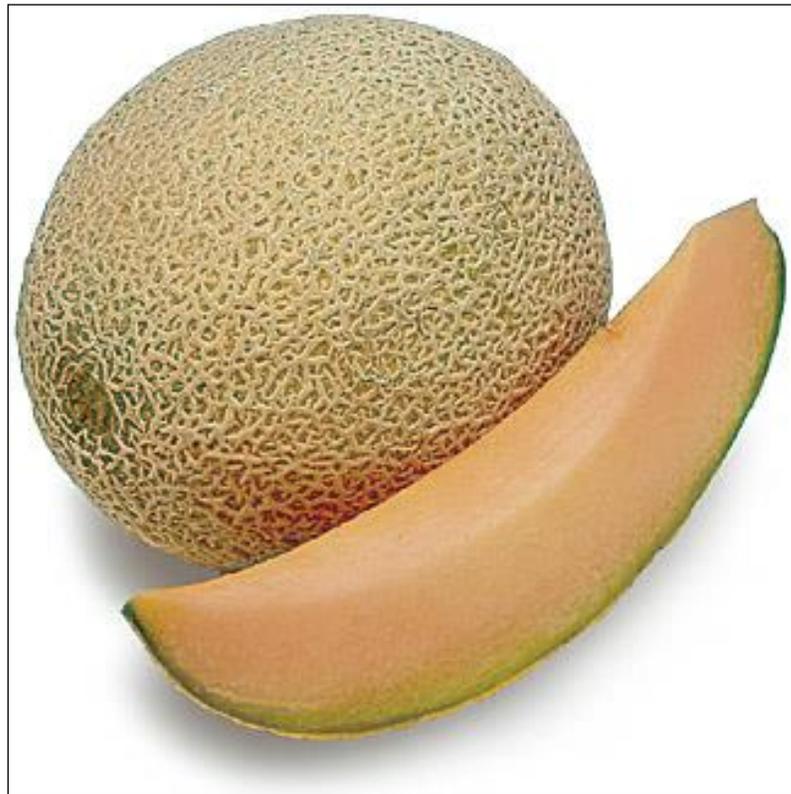
Dentro de este grupo existen tres tipos: Piel de sapo, Rochet y Tendral. Los Piel de sapo se caracterizan por poseer frutos uniformes en cuanto a calidad y producción, alargados, con pesos comprendidos entre 1,5 y 2,5 kg, con pulpa blanco-amarillenta, compacta, crujiente, muy dulce (12-15° Brix) y poco olorosa. La corteza es fina, de color verde, con manchas oscuras característica nombre a este tipo de melones. La pulpa es muy sabrosa, blanca, firme, dulce y nada olorosa (1).

2.2.1.3. Melón Cantaluop

Presenta frutos precoces (85-95 días), esféricos, ligeramente aplastados, de pesos comprendidos entre 700 y 1500 gramos, de costillas poco marcadas, piel fina y pulpa de color naranja, dulce (11-15°Brix) y de aroma característico.

El rango óptimo de sólidos solubles para la recolección oscila entre 12 y 14°Brix, ya que por encima de 15°Brix la conservación es bastante corta (1).

Figura 2. **Melón Cantaloup**



Fuente: elaboración propia.

Esta variedad se vende en el mercado durante todo el año, aunque su mejor temporada es la que transcurre entre los meses de junio y agosto. Es en esta época cuando el fruto ha desarrollado el sabor dulce tan particular que le caracteriza. El color amarillo de su piel puede llevar a pensar que están en su punto óptimo de maduración. Sin embargo, no es así. Uno de los indicativos más claros de madurez en este melón es su aroma, que debe ser delicado y

dulce. El 80 % de la composición de esta fruta es agua, y las escasas calorías que aporta se deben a su contenido moderado de azúcares simples.

El melón Cantaloup destaca entre otras variedades por su elevado contenido en β -caroteno, precursor de la vitamina A, de acción antioxidante y responsable del color anaranjado de la pulpa. Además, esta vitamina es un nutriente esencial para la visión y para el mantenimiento de los tejidos y el cabello. Es el propio organismo quien se encarga de transformar el β -caroteno en vitamina A conforme lo va necesitando. La vitamina C también destaca en esta variedad de melón, y presenta asimismo una acción antioxidante. Entre los minerales, se pueden resaltar principalmente el potasio y el magnesio. En la tabla I se puede apreciar de mejor forma la información nutricional del melón tipo Cantaloup.

Tabla I. **Ficha técnica del melón tipo Cantaloup**

Medida una unidad			
Calorías:	53 Kcal.	Hierro:	0,2 Mg
Grasa:	0,1 gramos	Vitamina A:	100 Mg.
Agua:	86,2 gramos	Magnesio	13 Mg
Proteína:	0,6 gramos	Sodio:	-
Fibra:	1,0 gramos	Vitamina E:	0,3Mg.
Calcio:	6 Mg	Vitamina C:	25 Mg.
Carbohidratos Mtb	12.4	Vitamina B2	0,03 Mg
Vitamina B1	0,05 Mg	Vitamina B3	0,5 Mg
Fósforo:	21 Mg		

Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

2.2.1.4. Melón Honeydew

El melón Honeydew se cosecha por madurez y no por tamaño. La madurez es difícil de juzgar debido a que en esta fruta no se presenta un proceso de abscisión claro (desprendimiento o separación de la fruta de la planta). Los grados de madurez se agrupan principalmente, con base en cambios en el color de fondo (el color general de la piel o cáscara, no sus tintes verdosos o amarillentos) de la fruta, el cual pasa de verdoso a crema con algunos tintes amarillos (1).

Figura 3. **Melón Honeydew**



Fuente: elaboración propia.

2.2.1.4.1. Grados de madurez comercial para el melón Honeydew

Los melones Honeydew se cosechan por madurez y no por tamaño. La madurez es difícil de juzgar debido a que en esta fruta no se presenta un proceso de abscisión claro (desprendimiento o separación de la fruta de la planta). Los grados de madurez se agrupan principalmente, en base a cambios en el color de fondo (el color general de la piel o cáscara, no sus tintes verdosos o amarillentos) de la fruta, el cual pasa de verdoso a crema con algunos tintes amarillos, a continuación se detallan los diferentes tipos de madurez.

2.2.1.4.2. Maduro fisiológicamente, inmaduro para consumo (sazón pero no maduro)

Color de fondo blanco con tintes verdosos, sin aroma característico, piel vellosa y todavía no cerosa. La norma de California establece como índice de cosecha legal un mínimo de 10 % de sólidos solubles totales (10° Brix).

2.2.1.4.3. Maduro fisiológicamente y en proceso de maduración para consumo

Color de fondo blanco con trazas de tintes verdes, piel ligeramente cerosa, punta floral firme que no cede bajo presión manual, ligero aroma o sin aroma. Comercialmente, es el estado de madurez preferido.

2.2.1.4.4. Maduro fisiológicamente con madurez para consumo

Color de fondo blanco cremoso con tintes amarillos, piel claramente cerosa, aroma característico notable, la punta floral cede ligeramente a la presión manual.

2.2.1.4.5. Índices de calidad

Bien formados, de apariencia casi esférica y uniforme. Ausencia de cicatrices o defectos de superficie, sin evidencias de magulladuras, pesado para su tamaño, superficie cerosa y no vellosa.

Los grados de calidad en los Estados Unidos son núm. 1, Comercial y núm. 2. La distinción entre grados se basa principalmente en la apariencia externa. La clasificación por tamaño se basa en el número de frutos que caben en un envase de 13,6 kg (30 lb), generalmente 4 ó 5, y ocasionalmente 6 melones por cartón. La apariencia de alta calidad se conserva, en parte, mediante divisones internas en el envase que protegen a los melones de magulladuras, compresión y otros deterioros.

2.2.1.4.6. Melón Galia

Presenta frutos esféricos, de color verde que vira a amarillo intenso en la madurez, con un denso escriturado. Pulpa blanca, ligeramente verdosa, poco consistente, con un contenido en sólidos solubles de 14 a 16ºBrix. Híbrido muy precoz (80-100 días, según la variedad), con un peso medio del fruto de 850-1 900 gramos.

2.2.1.4.7. Melón de larga conservación

Presentan básicamente tres ventajas: alto contenido en azúcar (1-2°Brix más alto que los híbridos normales de su categoría), mayor tiempo de conservación (almacenaje mínimo de 12 días a temperatura ambiente) y excelente calidad de pulpa (sólida y no vitrescente).

Se adaptan bien al transporte, ya que su piel es menos susceptible a daños. Se puede hablar de “marcas” de melón larga vida de calidad reconocida y demandada por los mercados extranjeros, que agrupan la producción de varias empresas de origen para vender en destino.

2.3. Lípidos

Los lípidos son moléculas orgánicas que se encuentran presentes tanto en el tejido animal como vegetal.

2.3.1. Definición

Los lípidos son un grupo heterogéneo de compuestos emparentados real o potencialmente, con los ácidos grasos. Poseen la propiedad común de ser: Relativamente insolubles en agua, solubles en solventes no polares como el éter, cloroformo y el benceno. Así, los lípidos incluyen grasas, aceites, ceras y compuestos relacionados (3).

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.

En el cuerpo, las grasas sirven como una fuente eficiente de energía directa, y potencialmente, cuando están almacenadas en el tejido adiposo. Sirven como aislante térmico en los tejidos subcutáneos y alrededor de ciertos órganos, y los lípidos no polares actúan como aislantes eléctricos que permiten la propagación rápida de las ondas despolarizantes a lo largo de los nervios mielinizados.

2.3.2. Propiedades

Éstos se pueden clasificar de acuerdo a sus propiedades físicas y químicas. Teniendo en cuenta sus propiedades es posible establecer cuales son los beneficios que pueden aportar los lípidos al organismo.

2.3.2.1. Físicas

Son sustancias untosas al tacto, tienen brillo graso, son menos densas que el agua y malas conductoras del calor.

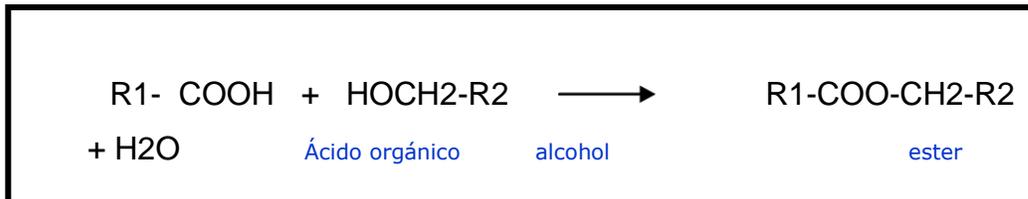
2.3.2.2. Químicas

Se da por medio de reacciones características de los ácidos grasos, se detallan a continuación.

2.3.2.2.1. Reacción de esterificación

El grupo ácido de los ácidos grasos va a poder reaccionar con los alcoholes para formar ésteres y agua.

Figura 4. **Reacción de esterificación entre un ácido graso y un alcohol para dar un éster y agua**



Fuente: elaboración propia.

2.3.2.2. Reacción de saponificación

Como se ha dicho anteriormente, con bases fuertes como la sosa (NaOH) o la potasa (KOH), dan las correspondientes sales sódicas o potásicas del ácido graso que reciben el nombre de jabones (3).

2.3.3. Funciones

Los lípidos desempeñan diferentes tipos de funciones biológicas. A continuación se describen los tipos de funciones.

2.3.3.1. Funciones en los seres vivos

Los lípidos desempeñan importantes funciones en los seres vivos. Estas son, entre otras, las siguientes (3).

2.3.3.1.1. Estructural

Son componentes fundamentales de las membranas celulares.

2.3.3.1.2. Energética

Al ser moléculas poco oxidadas sirven de reserva energética pues proporcionan una gran cantidad de energía; la oxidación de un gramo de grasa libera 9,4 kcal, más del doble que la que se consigue.

2.3.3.1.3. Protectora

Las ceras impermeabilizan las paredes celulares de los vegetales y de las bacterias y tienen también funciones protectoras en los insectos y en los vertebrados.

2.3.3.1.4. Transportadora

Sirven de transportadores de sustancias en los medios orgánicos.

2.3.3.1.5. Reguladora de metabolismo

También sirven para regular la temperatura. Por ejemplo, las capas de grasa de los mamíferos acuáticos de los mares de aguas muy frías.

2.3.4. Ácidos grasos (lípidos saponificables)

Como ya se ha mencionado, los ácidos grasos son ácidos carboxílicos de cadena larga, que se encuentran 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 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. Así, por ejemplo, el ácido palmítico, lineal, saturado, de 16 átomos de carbono, es quizá el más universalmente extendido, junto con su homólogo de 18 carbonos, el ácido esteárico.

También son frecuentes las cadenas insaturadas con enlaces dobles en cis, como el oleico, 9-octadecenoico, o el linoleico, 9,12-octadecadienoico. Algunos lípidos integrantes de membranas poseen ácidos grasos muy insaturados como el araquidónico, 5,8,11,14-eicosatetraenoico. Una nomenclatura abreviada, útil para designar ácidos grasos, es la que emplea una C mayúscula seguida de números –separados por puntos- que indican respectivamente el número de carbonos y el de dobles enlaces. La posición de los dobles enlaces se indica como superíndices del segundo número. Así, por ejemplo, el mencionado araquidónico sería C20:4^{5,8,11,14}.

Figura 5. Clasificación ácidos grasos

LOS PRINCIPALES ÁCIDOS GRASOS			
Nombre trivial	Átomos de carbono	Dobles enlaces	Punto de fusión
Saturados			
Láurico	12	-	44,2
Mirístico	14	-	54,0
Palmitico	16	-	63,0
Esteárico	18	-	69,6
Araquídico	20	-	76,5
Lignocérico	24	-	86,0
Insaturados			
Palmitoléico	16	1	-0,5
Oleico	18	1	13,4
Linoleico	18	2	-3,0
Linolénico	18	3	-11,0
Araquidónico	20	4	-49,5

Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

Muchos procesos fisiológicos dependen del grado de fluidez de los lípidos de las membranas. Esta fluidez, a su vez, está vinculada al punto de fusión de los ácidos grasos integrantes.

En efecto, 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 citados en la tabla II.

Por último, se menciona la asimetría originada por los sustituyentes laterales, como se deduce del bajo punto de fusión del ácido tuberculosteárico (11°). Los ácidos carboxílicos presentan solubilidad decreciente en agua al aumentar la longitud de la cadena carbonada, de manera que a partir de C 12:0 son prácticamente insolubles. 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 tienen un fuerte carácter anfipático, y son muy miscibles con el agua, especialmente los jabones de metales alcalinos.

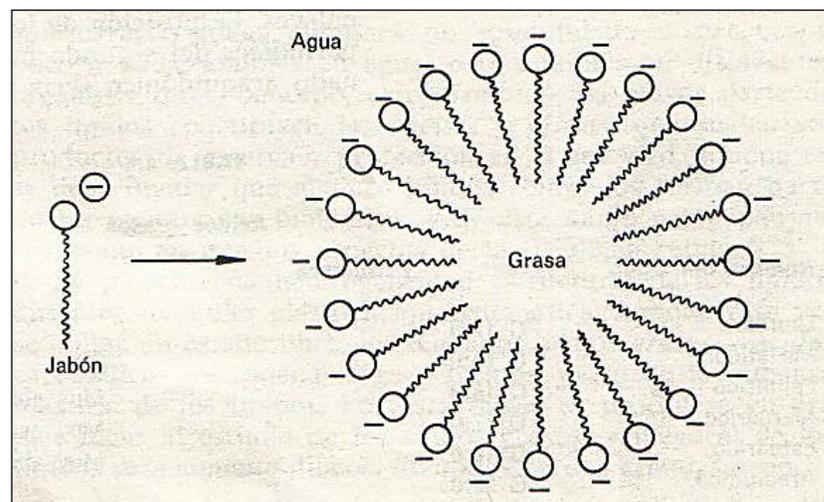
En general, los jabones adoptan en medio acuoso estructuras micelares en equilibrio con formas libres. Las grandes micelas esféricas pueden incluir en su interior grasas neutras, por lo que los jabones tienen poder detergente.

Los ácidos grasos insaturados manifiestan las propiedades inherentes al doble enlace. Por ejemplo, la adición de hidrógeno permite el endurecimiento de las grasas, es decir, la conversión de aceites en margaritas. También es susceptible el doble enlace de autoxidación por el oxígeno del aire.

Es una reacción espontánea en la que se producen radicales peróxido que se descomponen dando ruptura de la cadena carbonada y formación de aldehídos. Éste es el origen del enranciamiento de las grasas.

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.

Figura 6. **Miscibilidad de anión carboxiliato con el agua para formar un jabón con poder detergente**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

2.3.5. 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 (3).

2.3.5.1. Alcoholes superiores y ceras

Por reducción de los ácidos grasos se obtienen alcohol monohidroxílicos de cadena larga. Así, del ácido palmítico se obtiene el hexadecanol (para los alcoholes y aldehídos grasos se adopta preferentemente la nomenclatura

sistemática sobre la que hacía referencia al ácido graso de origen: hexadecanol en lugar de alcohol palmitílico o cetílico).

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.

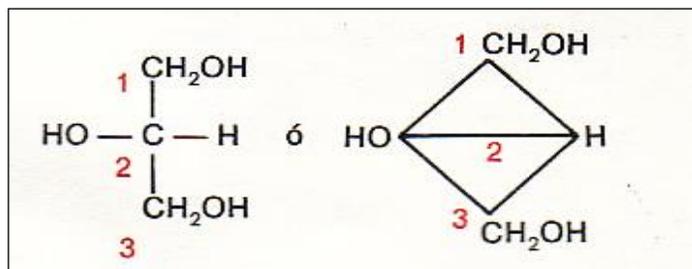
2.3.5.2. Glicéridos simples

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 encuentran en estado líquido. Ya quedó señalado que la fluidez de una mezcla lipídica viene determinada por la naturaleza de los ácidos grasos integrantes.

Figura 7. Numeración de los carbonos de Glicerol

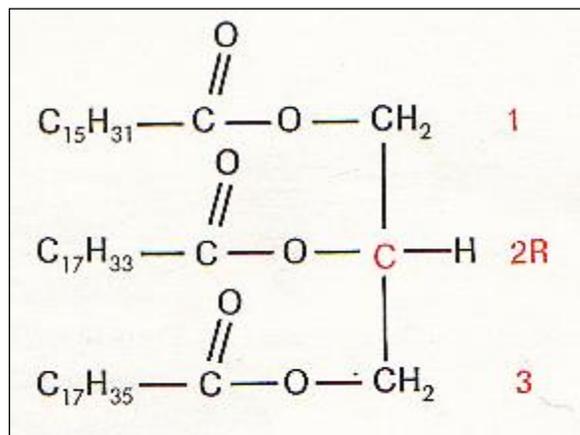


Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

La nomenclatura de los glicéricos requiere numerar los carbonos del glicerol, como se muestra en la figura 7. En C2 no hay ambigüedad, pero si en C1 y C3. En efecto, estos carbonos aparecen como equivalentes. Pero basta que exista un sustituyente en uno de ellos, o dos sustituyentes no idénticos, para que desaparezca el plano de simetría y, en consecuencia, se dé la posibilidad de que existan isómeros enantiomorfos. Se ha convenido representar el carbono 2 del glicerol, según la convención de Fischer, con el hidroxilo hacia la izquierda.

El carbono superior recibe el número 1, y el inferior el 3. Así se pueden nombrar, por ejemplo, los glicéridos simples, asignando un número inequívoco a cada sustituyente del glicerol, como es el caso del 1-palmitil-2-oleil-3estearilglicerol, como se muestra en la figura 8.

Figura 8. **Ejemplo de un R-triacilglicerol**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

En determinadas fuentes naturales se hallan glicéridos integrados por aldehídos o alcoholes grasos: los aldehídos, en forma enólica, se unen por enlaces alk-1-enil éter, y los alcoholes, por enlaces éter.

Es fácil distinguir los tres tipos de enlace por su distinta susceptibilidad a la hidrólisis. Así, los enlaces éster de los ácidos grasos con el glicerol son muy sensibles a la hidrólisis alcalina; los enlaces alkenil éter resisten la hidrólisis alcalina pero se hidrolizan fácilmente en medio ácido; por último, los enlaces éter no son susceptibles de hidrólisis.

Las membranas de retículo sarcoplásmico contienen considerable proporción de enlaces alkenil éter en sus lípidos. Los enlaces éter abundan extraordinariamente, quizá por su resistencia a la hidrólisis, en bacterias termófilas.

2.3.5.3. 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. Esta estructura fundamental recibe el nombre de ácido fosfatídico.

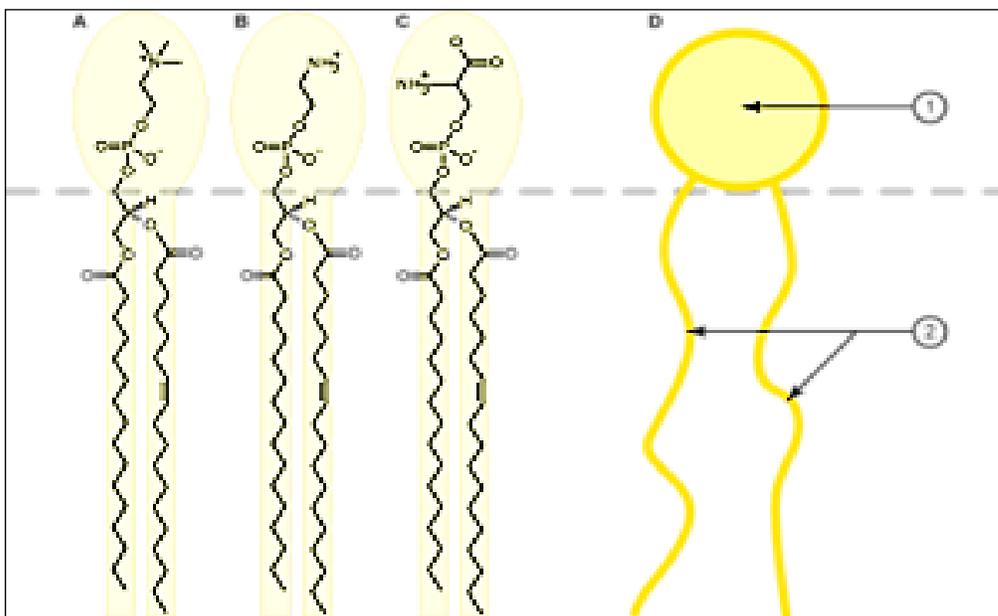
Ocasionalmente el radical acilo en posición 1 de un fosfoglicérido está sustituido por un radical alkilo o alk-1-enilo, con lo que se originan respectivamente los monoalkilmonoacilfosfoglicéridos y monoalkenilmonoacilfosfoglicéridos, o plasmalógenos. Los fosfoglicéricos, por liberación de un ácido graso, dan origen a los llamados lisofosfoglicéridos.

El ácido fosfatídico existe libre en la naturaleza, pero, en general, su grupo fosfórico suele unirse, mediante un segundo enlace éster, con funciones alcohol pertenecientes a moléculas hidrofílicas, a menudo bases nitrogenadas, dando origen a las distintas clases de fosfoglicéridos que se detallan en la tabla III.

Los fosfoglicéridos, como los demás lípidos, son solubles en disolventes orgánicos (éter, cloroformo, entre otros) aunque se distinguen de los lípidos

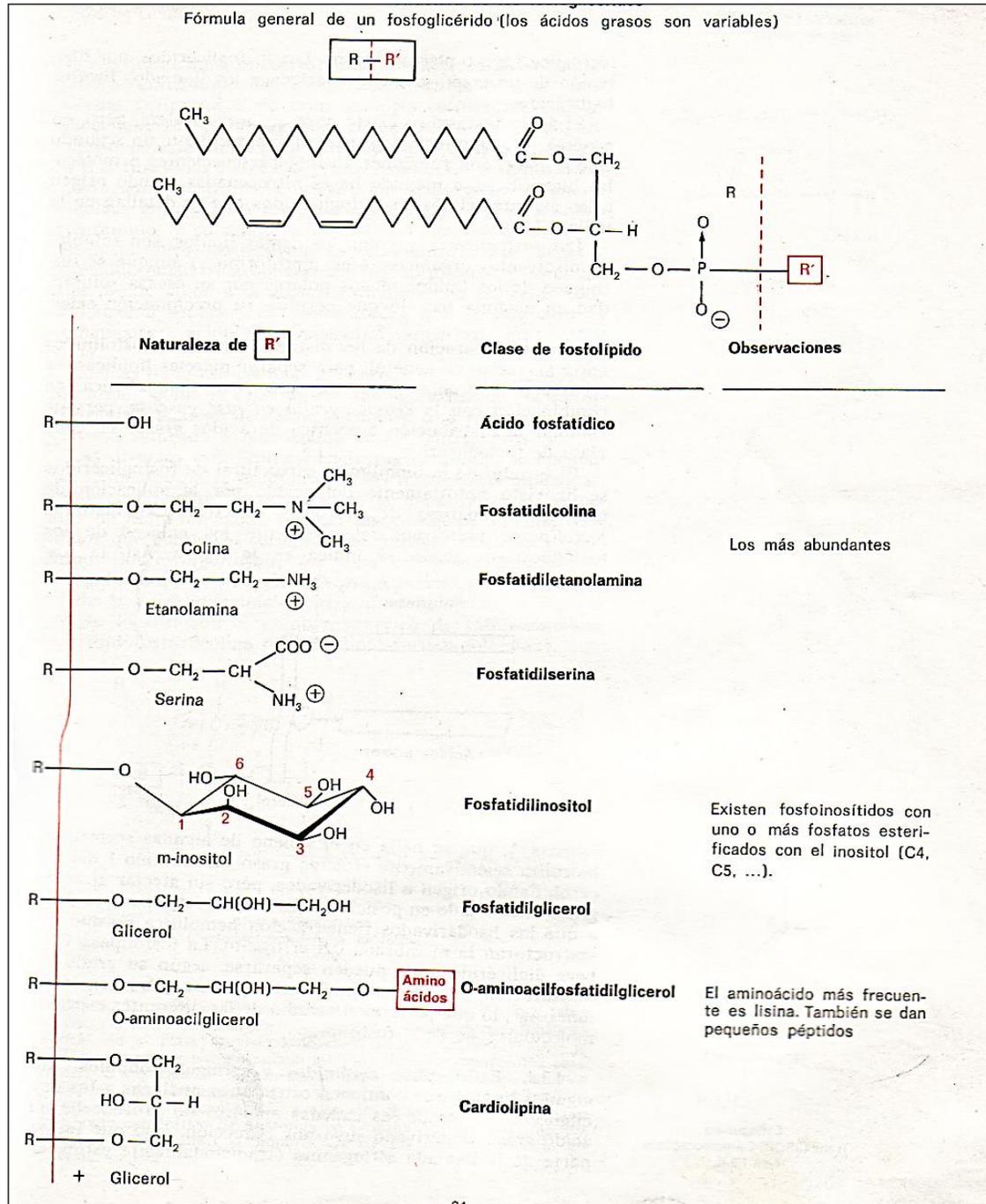
menos polares por su escasa solubilidad en acetona fría, lo que permite su precipitación selectiva. Para la separación de las distintas clases de fosfolípidos entre sí, como, en general, para separar mezclas lipídicas, se recurre a la cromatografía en fase gaseosa, permite estudiar la distribución específica de ácidos grasos en cada clase de fosfoglicérido.

Figura 9. **Cabeza hidrófila, 2-colas hidrófobas, A) fosfatidilcolina, B) fosfatidiletanolamina, C) fosfatidilserina D) representación esquemática de un fosfoglicérido con la cabeza hidrófila y las colas hidrófobas**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

Figura 10. Estructura de los fosfoglicéridos



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

2.3.5.4. Esfingenina, cerámicos y esfingofosfolípidos

En algunos lípidos que contienen estructuras análogas a los diacilgliceroles, 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. El nombre de cerámido alude a la analogía química con las ceras (ácido+alcohol superior, en enlace éster), que en este caso es propiamente: ácido+aminoalcohol superior, en enlace amida.

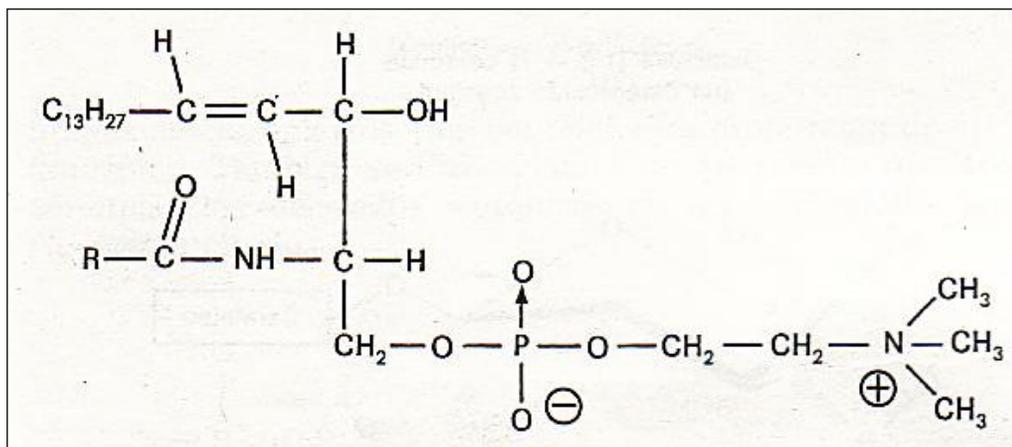
Además de la esfingenina, se conocen algunos análogos estructurales, como la esfinganina, análogo saturado; la eicosiesfingenina, análogo de veinte carbonos, o la fitoesfinganina, derivado saturado e hidroxilado en C4, entre otros.

Las diversas esfingeninas, en forma cerámido, se encuentran formando parte de lípidos de las membranas biológicas. Son especialmente abundantes en la membrana de las células Schwann que forman las vainas de mielina. 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).

Figura 11. **Ceramidofosforilcolina, en forma de zwitterion**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

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

2.3.5.5. 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.

2.3.5.6. Esfingoflicolípidos

Son lípidos complejos formados por un ceramido 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.

Los cerebrósidos más frecuentes contienen una molécula de galactosa o glucosa, unida al alcohol primario del cerámido por un enlace B-glicosídico. Otras veces contienen oligosacáridos formados por varias moléculas de hexosa (excepcionalmente hexosamina) en secuencia lineal. Por hidrólisis del enlace amida de los cerebrósidos se obtienen las llamadas psicosisinas (B-esfingosilglicósidos).

En el cerebro, se encuentran a veces cerebrósidos esterificados con ácido sulfúrico en la posición 3 de la hexosa, dando origen a los sulfátidos o sulfolípidos.

Los gangliósidos son esfingoglicolípidos que contienen ácidos siálicos en su molécula. Los gangliósidos son moléculas heterogéneas y complejas. A menudo la fracción glicídica se presenta ramificada; las estructuras varían según la fuente de lípidos.

2.3.5.7. 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.

2.3.6. Lípidos no relacionados con ácidos grasos (No saponificables)

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.

2.3.6.1. Oleorresinas y aceites esenciales

Las oleorresinas son extractos de naturaleza oleosa, obtenidos de especies o diferentes plantas que proporcionan a los productos color y/o sabor. Presentan múltiples ventajas de manejo, dosificación, estandarización, almacenamiento y control microbiológico contra el producto en polvo.

Se obtienen de especies 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 viscosas y coloreadas y se usan en concentraciones muy bajas, normalmente de 5 a 10 % con respecto a la especie de donde se extraen.¹

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 más semejantes a la especie 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 especies producen más

¹ LÓPEZ, David. *Obtención y caracterización del aceite esencial oleorresino de la pimienta negra (Piper nigrum L.) cultivada en Guatemala*. p. 117.

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).

El aceite esencial es un líquido oleoso volátil, generalmente insaponificable que se obtiene de las diferentes partes de una planta, como las hojas, flores, semillas y frutos, por medio de algún método físico de extracción.

Por tanto, representa la fracción aromática más importante del vegetal. Está constituido por una mezcla muy compleja de compuestos, principalmente

terpenos, alcoholes, cetonas, fenoles, ácidos, aldehídos y ésteres. Se solubiliza parcialmente en etanol, en cloroformo y en aceites fijos y es insoluble en agua.²

Su composición y sus propiedades sensoriales varían aun en una misma planta; por ejemplo, el árbol del naranjo tiene aceites esenciales en sus flores (aceite de azahar), en sus vástagos y hojas nuevas (aceite de *petit-grain*) y en la cáscara del fruto; cada uno de ellos tiene un aroma propio y una composición diferente. En general, las plantas jóvenes contienen una mayor cantidad de aceite, pero no con el perfil tan aceptado como el de las plantas adultas.

No se conoce exactamente la función biológica del aceite esencial en el vegetal. Algunos investigadores consideran que sólo es un subproducto propio del metabolismo de la planta y que no tiene ninguna actividad o funcionalidad particular; sin embargo, otros suponen que el de las hojas y las flores sirve para atraer a los insectos y así favorecer la polinización, o que actúan como repelente contra los depredadores naturales.

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 rosa, geranio y jazmín enriquecida con linalool, o la esencia de anís enriquecida con acetol.

² LÓPEZ, David. *Obtención y caracterización del aceite esencial oleorresino de la pimienta negra (Piper nigrum L.) cultivada en Guatemala*. p. 117.

- Sintéticos: como su nombre lo indica son los productos por la combinación de sus componentes los que en su la mayoría son producidos por procesos de síntesis química. Estos son los más económicos y por lo tanto son mucho más utilizados como aromatizantes y saborizantes (esencias de vainilla, limón, fresa).

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.

Aunque esta clasificación es muy general resultará útil para propósitos de estudiar algunos aspectos fotoquímicos de los monoterpenos, los sesquiterpenos y los fenilpropanos.

2.3.6.1.1. Calidad de los aceites

La calidad de los aceites fijos es de gran importancia para justificar el cultivo de la especie que lo provee en forma rentable. Existen una gran serie de propiedades e índices que en su conjunto revelan el grado de calidad y conservación del aceite.

Entre las propiedades que definen la calidad de un aceite son: punto de fusión y de solidificación, densidad, índice de refracción, índice de acidez, índice de yodo, índice de peróxidos, índice de saponificación, entre otros.

El grado de insaturación que presenten los ácidos que constituyen los glicéridos de un aceite, o sea cantidad de dobles ligaduras, determinará el grado de secantabilidad o poder secante de un aceite.

Los que poseen mayor cantidad de dobles ligaduras al ser expuestos al aire se oxidan (absorben O_2) espesándose y endureciéndose rápidamente. Los que poseen esta propiedad se denominan secantes y generalmente son de uso industrial. El más representativo es el aceite de lino, luego le sigue el tung. Uno de los usos del aceite del lino es en la industria de las pinturas.

Los aceites que bajo la acción de oxígeno del aire se oxidan, es decir que se espesan y endurecen lentamente y no por completo, se llaman semisecantes. Aquí se encuentra la mayoría de los aceites comestibles. Por ejemplo: soja, girasol, algodón, etc.

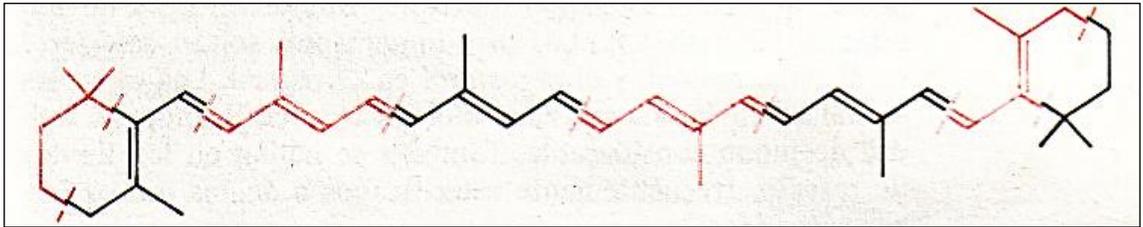
Por último, los aceites no secantes no solidifican en absoluto, ni siquiera después de largo tiempo. Ejemplo: aceite de oliva, maní.

2.3.6.2. 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 α -tocoferol (vitamina E), la vitamina K y el coenzima Q.

Figura 12. **β -Caroteno (Provitamina A)**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

2.3.6.3. Carotenoides

Son derivados octaprenoides que constituyen multitud de pigmentos vegetales, como los de la zanahoria (β -caroteno) o el tomate (cantaxantina). El β -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. La luteína (3,3'-dihidroxi- α -caroteno) da su color amarillo característico al cuerpo lúteo del ovario, y se encuentra también en muchas fuentes de origen vegetal.

2.3.6.4. 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,

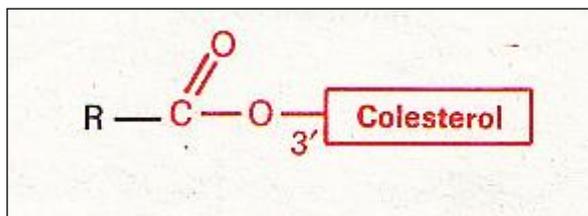
oxo y carboxilo). La existencia de cuatro anillos condensados determina múltiples posibilidades de isomería cis-trans, como se detalló en el caso más sencillo de la decalina. La actividad biológica de estos compuestos está muy vinculada a su estructura espacial específica.

Atendiendo a sus funciones biológicas se distinguen tres grupos fundamentales de esteroides: esteroides, sales biliares y hormonas esteroideas. La numeración común a todos estos anillos es la que se detalla en la molécula de colesterol. Para facilitar la nomenclatura de los compuestos esteroideos, cada grupo, se suele considerar derivado de un hipotético hidrocarburo saturado, con el número de átomos de carbono propio de la serie: colestano (C27), de los esteroides; colano (C24), de las sales biliares; pregnano (C21), androstano (C19) y estrano (C18), de diversas familias de hormonas esteroideas.

2.3.6.4.1. 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).

Figura 13. **Una cera esteroidea**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

Aunque estructuralmente no se trate de un esteroide, mencionaremos aquí el colecalciferol (vitamina D₃), que se produce por la irradiación ultravioleta del colesterol subcutáneo. El colesterol, por hidrogenación de su doble enlace, origina dos esteroles distintos, el colestanol y el coprostanol, que son estructuras de referencia para la estereoisomería de los esteroides. Así, los cuatro anillos A, B, C, D del colestanol determinan un plano que define los subespacios β y α. Por convención, el subespacio β es el que contiene el metilo 19, y cualquier sustituyente en cis con este metilo llevará el prefijo β.

Lo contrario ocurre con el subespacio α. En el colestanol todos los anillos están condensados en trans, es decir, que la línea que une los carbonos 5-10-9-8-14-13 deja los sustituyentes libres alternativamente en los subespacios α y β.

En el coprostanol, los anillos A y B están condensados en cis, es decir que los sustituyentes 5 y 10 están ambos en el subespacio β. Para evitar ambigüedades, las valencias en β se dibujan con trazo continuo, y las valencias en α, con línea de puntos. Obsérvese que en el colesterol, como en casi todos los esteroides, el hidroxilo en C-3 presenta configuración β. El doble enlace 5-6 distorsiona la conformación silla del anillo B.

2.3.6.4.2. 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. El ácido biliar más importante es el cólico (3 α , 7 α , 12 α -trihidroxicolánico). También se conocen los ácidos desoxicólico (3 α , 12 α -dihidroxicolánico), litocólico (3 α , hidroxicolánico), etc. 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.) 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.

2.3.6.4.3. Hormonas esteroideas

Un grupo importante de sustancias esteroideas se caracteriza por su función hormonal, es decir, que son sustancias producidas por glándulas endocrinas, que se distribuyen por el torrente sanguíneo y ejercen funciones de regulación metabólica en tejidos específicos.

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). Los gestágenos son hormonas femeninas implicadas en el ciclo menstrual, que adquieren

particular importancia durante el embarazo; el más característico es la progesterona (4-pregnen-3,20-diona).

Los corticoides, segregados por la corteza suprarrenal, son un grupo heterogéneo de hormonas, cuya acción preferente tiene lugar, según su estructura, sobre el metabolismo hidrosalino o sobre el de los glúcidos. Se diferencian de los gestágenos por poseer un hidroxilo en C-21. El cortisol (11 β , 17 α , 21-trihidroxi-4-pregnen-3,20-diona) es un ejemplo de corticoide con acción preferente sobre el metabolismo glicídico.

Los andrógenos son las hormonas virilizantes; como ejemplo significativo en la especie humana se puede citar la testosterona (17 β -hidroxi-4-androsten-3-ona). Finalmente, los estrógenos son hormonas femeninas, implicadas sobre todo en la primera fase del ciclo menstrual; un estrógeno típico es el estradiol (13,5-estratrien-3,17 β -diol).

2.3.6.5. Hidrocarburos

Algunos hidrocarburos de cadena lineal o ramificada suelen estar presentes, formando mezclas complejas, en vegetales y levaduras, en estas últimas, en proporción de hasta el 10 % de su peso seco. Por ejemplo, con fórmula molecular $C_{24}H_{50}$, se han aislado tres hidrocarburos saturados: tetracosano, 2-metiltricosano y 3-metiltricosano. El papel fisiológico de los hidrocarburos no es conocido, aunque probablemente constituyen sustancias de reserva.

2.3.6.6. Lípidos pirrólicos

Los compuestos pirrólicos se estudian clásicamente como integrantes de proteínas conjugadas, formando grupos prostéticos de hemoglobinas, citocromos, catalasa, otros aunque por su naturaleza química y características de solubilidad pueden incluirse en el grupo de los lípidos. Se distinguen compuestos mono y dipirrólicos, que apenas se encuentran libres, porque son metabolitos intermedios, y compuestos tetrapirrólicos, de cadena abierta y de cadena cerrada.

El grupo más importante de compuestos tetrapirrólicos de cadena cerrada lo constituyen las porfirinas. El anillo tetrapirrólico fundamental, porfina, es una estructura plana, que contiene numerosos dobles enlaces conjugados, lo que determina su característico espectro de absorción en el visible. Las porfirinas son porfinas sustituidas, fundamentalmente en 8 posiciones, dos en cada pirrol. Las porfirinas de mayor interés biológico son las uroporfirinas, coproporfirinas y, sobre todo, las protoporfirinas.

La protoporfirina IX puede originar un compuesto de coordinación con Fe llamado hemo. El hemo, con ligeras modificaciones es el grupo prostético de la hemoglobina, mioglobina, citocromos, catalasas y peroxidasas. Las clorofilas contienen una protoporfirina IX modificada y magnesio en el centro del anillo, además de una cadena isoprenoide (fitol).

Las porfirinas, por su carácter lipídico, se extraen de los tejidos por tratamiento con disolventes orgánicos, sobre todo cloroformo, piridina y acetato de etilo. Los nitrógenos pirrólicos tienen cierto carácter básico, enmascarado por su entorno apolar, y a valores bajos de pH pueden adicionar dos protones que solubilizan el compuesto. La polaridad de las cadenas laterales modifica la

solubilidad de las porfirinas, como es el caso de las uroporfirinas, en que la presencia de 8 grupos carboxilo les hace hidrosolubles.

El anillo porfirínico se elimina en forma de compuestos tetrapirrólicos de cadena abierta, como los pigmentos biliares, fundamentalmente bilirrubina y biliverdina. Estos compuestos son especialmente apolares, de modo que, para su transporte en el plasma y eliminación por la orina, se asocian a proteínas como los demás lípidos, o se conjugan con ácido glucurónico como los esteroides. También son compuestos tetrapirrólicos de cadena abierta los pigmentos fotosintéticos llamados ficobilinas: ficocianobilina y ficoeritrobilina, que constituyen grupos prostéticos de proteínas específicas.

2.4. Procesos de extracción sólido-líquido

La expresión extracción sólido-líquido se aplica solamente a las operaciones en que existe una fase sólida, y comprende, por tanto, a las designadas frecuentemente con los términos de lixiviación, percolación, lavado y agotamiento (4).

La extracción siempre tiene lugar en dos etapas: 1) contacto del disolvente con el sólido a tratar, que cede el constituyente soluble (soluto) al disolvente, y 2) lavado o separación de la disolución del resto del sólido.

2.5. Escala de extracción sólido-líquido

La escala de la extracción sólido-líquido puede ser de tres tipos:

- A nivel laboratorio
- A nivel planta piloto

- En planta industrial

A nivel laboratorio la experimentación se realiza con equipos especialmente diseñados para la extracción, se ve cómo interactúan las variables de proceso y de diseño, se determinan rendimientos de operación y se realiza la respectiva correlación experimental acerca del comportamiento de los datos (4).

A nivel planta piloto, ya se está tratando con equipos a micro escala de la industria, se tienen se ramales de tuberías, válvulas manómetros, rotámetros, marmitas, etc.

La planta piloto es una planta de proceso a escala reducida que busca generar la mayor cantidad de información del proceso para así calcular costos de energía, costos de producción y optimización del proceso real. La planta piloto es de fundamental importancia ya que reduce el riesgo y la incertidumbre de hacer el proyecto a una escala mayor, de mayores índices de rentabilidad y el retorno de inversión es rápido.

Por todos los beneficios anteriores debe tenerse mucho cuidado en la construcción de la planta piloto, en cómo interactúan las variables de diseño/proceso, si los instrumentos son los adecuados y como se conseguirá el control de calidad ya en un proceso a nivel industrial.

Otro factor importante de las plantas piloto es la implementación de estándares de seguridad para así proyectarlos a la construcción de la planta, los puntos de muestreo, el ambiente que se estará trabajando estará diseñado para operarios o solo para profesionales, si necesita de instrumentación eléctrica avanzada o no, si los materiales son adecuados, si los equipos son los

adecuados ya que en muchas veces se deben de adaptar los equipos. Todo lo anterior se traduce en grandes ahorros de tiempo y dinero en la construcción de la planta industrial donde ya visto lo anterior solo queda la automatización de equipos y la optimización a través de la mejora continua.

2.6. Transferencia de masa en extracción sólido-líquido

La extracción sólido-líquido o lixiviación es un proceso de separación afectado por un fluido envuelto en la transferencia de solutos desde un matriz de sólido a un solvente dado (2).

Es una técnica extensamente utilizada como operación unitaria para recuperar muchos componentes minerales, de alimentos o de plantas.

Además puede ser también utilizada para la exitosa eliminación de contaminantes o toxinas en algunos materiales. La expresión sólido-líquido tiende a ser inapropiada debido a que da la impresión que la transferencia de masa ocurre en la interfase de un sólido seco y una fase líquida.

Y, en casi todas las extracciones la difusión dentro del sólido realizada por la fase líquida es el mecanismo predominante de transferencia de masa.

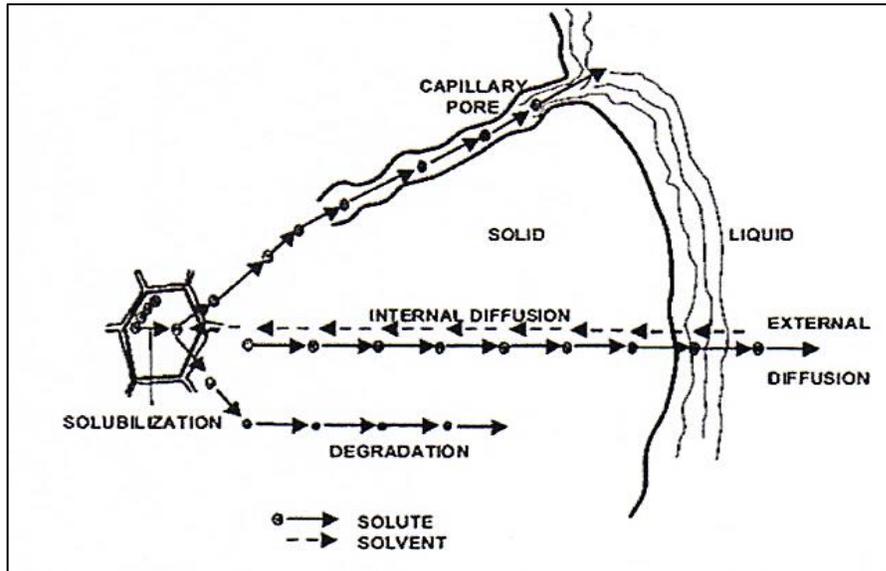
Desde un punto de vista de ingeniería química, el soluto en la lixiviación es usualmente referido como extracto y los solventes comunes más utilizados son, agua, hexano, acetato de etilo, etanol, metanol o mezclas etanol/agua. Estos son utilizados debido a que en las plantas, las especies químicas a recuperar están mal definidas como ocurre en la extracción Fitoquímica en las plantas.

Durante la extracción, la concentración de soluto dentro del sólido varía de un estado no estacionario a una condición inestable. Una serie de pasos ocurren durante el período de la interacción entre el soluto que contiene el extracto soluble y el solvente efectivo de separación, éstos son:

- Entrada del solvente en la matriz del sólido.
- Solubilización/Degradación de los componentes.
- Transporte de los extractos solubles al exterior del sólido de la matriz.
- Migración de los solutos extractables de la superficie externa del sólido a la solución.
- Separación y descarga soluble y el sólido.

A continuación se muestra las etapas más importantes de la extracción. La transferencia de masa que ocurre en los poros de la matriz del sólido es un mecanismo importante. La resistencia externa de la difusión es causada a través de la capa de líquido que rodea a la partícula (5).

Figura 14. Esquema de la transferencia de masa en la extracción sólido-líquido



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

El esquema anterior muestra los pasos principales en la extracción por solvente de partículas sólidas. La transferencia de masa del soluto en el líquido ocupando los poros es un mecanismo importante. La resistencia externa es causada por la capa del líquido estática que rodea a la partícula.

2.7. Proceso de lixiviación

Lixiviación es una operación para separar los constituyentes solubles de un sólido inerte con un solvente. La separación implica, normalmente la disolución selectiva, con difusión o sin ella, pero en el caso extremo del lavado simple consiste solo en el desplazamiento (con alguna mezcla) de un líquido intersticial por otro, con el que es miscible (5).

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.

Es habitual el excluir del estudio de la lixiviación la elución de solutos adsorbidos superficialmente. Este proceso será tratado, en lugar de ello, como un caso especial de la operación inversa, la adsorción. Asimismo, se excluye el lavado de tortas de filtros, ya sea in situ o mediante la formación de una nueva suspensión y la refiltración.

La corriente de sólidos lixiviados y el líquido que le acompaña se denominan lodos; en hidrometalurgia también se conoce como pulpa.

El contenido en sólidos de las corrientes es denominado, en algunas ocasiones, como marc (en particular en los procesos de separación de aceites). La corriente de líquido contenido en la solución lixiviada es el clarificado. Como abandona el proceso de lixiviación, tiene otros nombres opcionales: extracto, solución, lixiviación o miscelado.

2.7.1. Mecanismo de lixiviación

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 reacción química puede afectar a la velocidad de la lixiviación (5).

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 solo 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. En un diagrama x-y, la línea de equilibrio es una recta que pasa a través del origen con un pendiente de valor unidad. Es costumbre calcular el número de etapas ideales (de equilibrio) requeridas para una lixiviación determinada y ajustar dicho número por medio de la aplicación de un factor de eficacia de etapa, aunque si se conocen, pueden aplicarse eficacias locales etapa a etapa.

Sin embargo, y por lo general, no resulta sencillo establecer una eficiencia de etapa o un valor de eficacia global ni un índice de la velocidad de lixiviación (es decir, un coeficiente general) sin probar los modelos a pequeña escala de los aparatos. De hecho, los resultados de dichas pruebas tienen que escalarse en forma empírica, sin una evaluación explícita de los índices de velocidad o de cuasi-equilibrio.

2.7.2. Métodos de operación

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 método de contacto (percolación por pulverización, percolación por inmersión o dispersión de sólidos) (5).

En general, los anteriores descriptores catalogan cuatro categorías y deben consignarse para el establecimiento completo de un sistema de lixiviación (por ejemplo, el extractor tipo Bollman es un percolador continuo, con etapas múltiples con pulverización y flujo híbrido).

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.

2.8. Naturaleza del material

Al momento de elegir un material como fuente de un compuesto extractable de interés, es necesario primeramente hacer esta selección con base en la cantidad del compuesto a extraer contenida en el material, pues es importante que la contenga en cantidades considerables (4).

2.8.1. Sustancias biológicas

En la industria de procesos biológicos y alimenticios, muchos productos se separan de sus estructuras originales mediante lixiviación. Por ejemplo el azúcar se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente; los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas, como las de soya, ricino, girasol y algodón mediante lixiviación con disolventes orgánicos.

En el caso de los materiales vegetales, los compuestos asociados a azúcares (agliconas), por lo que azúcares de este tipo serán extraídos en cantidades considerables conjuntamente con el compuesto deseado.

2.8.2. Materiales inorgánicos y orgánicos

Los procesos de lixiviación son de uso común en la industria metalúrgica. Los metales útiles suelen encontrarse en mezclas con grandes cantidades de constituyentes indeseables y la lixiviación permite extraerlos en forma de sales solubles.

2.9. Preparación del sólido

El éxito de una lixiviación y la técnica que se va a utilizar dependen con mucha frecuencia de cualquier tratamiento anterior que se le pueda dar al sólido (4).

La preparación del sólido depende en alto grado de 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, y del tamaño de partícula original.

En algunos casos, las pequeñas partículas del material soluble están completamente rodeadas de una matriz de material insoluble. Entonces, el disolvente se debe difundir hacia el interior para ponerse en contacto y disolver el material soluble, y después difundirse hacia el exterior antes de poder lograr una separación.

En muchos casos, la trituración y molienda de estos sólidos acelerará bastante la acción de lixiviación, porque las porciones solubles son entonces más accesibles al disolvente, aumentando así la velocidad de lixiviación, pero cuando la sustancia soluble está distribuida más o menos uniformemente en

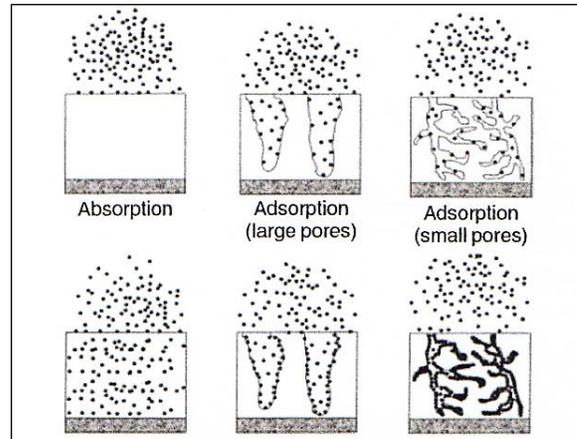
todo el sólido aún en solución del sólido, la acción de lixiviación puede proporcionar canales para el paso del disolvente fresco, por lo cual se puede prescindir de una molienda muy fina. La molienda de las partículas es innecesaria cuando el material soluble está disuelto en una solución adherida al sólido. Entonces se puede emplear un simple lavado similar al de precipitados químicos.

Otro de los factores que deben ser tomados en cuenta en la experimentación, es la estructura interna de la partícula. Ya que muchas veces la partícula está llena de poros que pueden ayudar o no a la extracción sólido-líquido.

Ya conocida la influencia de los poros a macroescala, es conveniente mencionar también como afecta en el mecanismo de transferencia de masa en la lixiviación. Los poros, si tienen los tamaños adecuados funcionarán favorablemente o como una resistencia que se opone a la difusión. La escala de magnitud para los poros se define a continuación:

- Macroporo si el diámetro es mayor a 500 Å
- Mesoporo si el diámetro está comprendido entre 20-500 Å
- Microporo si el diámetro está entre 0-20 Å

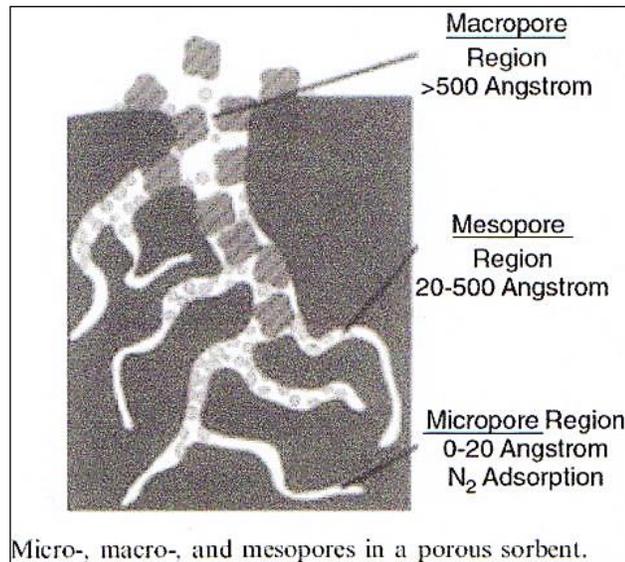
Figura 15. **Dependencia de los poros en la lixiviación de materiales biológicos**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

Representación esquemática en la extracción absorción contra la adsorción y adsorción en poros pequeños contra adsorción en poros grandes.

Figura 16. **Caracterización de los poros en la lixiviación de materiales biológicos**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

Las figuras anteriores muestran lo importante que es la estructura interna del sólido cuando se está realizando un estudio de extracción sólido-líquido en materiales biológicos. En la figura 16 se ve como el solvente entra en el matriz del sólido a través de los poros tanto en los grandes como en los pequeños; pero se debe hacer una definición clara de hasta donde es clasificado un poro grande o un poro pequeño, para hacer válido lo anterior la figura 17 muestra dicha definición.

Refiriéndose nuevamente a la figura 16, la lixiviación sucede de la siguiente manera:

- A través de la absorción, el solvente puede interactuar con la partícula por penetrar en la estructura tridimensional de la misma, por ejemplo

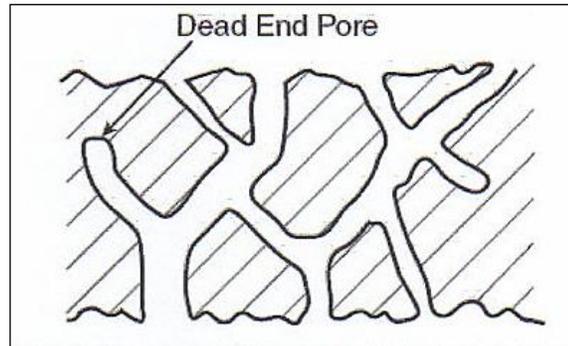
cuando el agua es absorbida por una esponja. En el proceso de absorción, el solvente no va directamente a los sitios sino que trata de mojar totalmente al sólido, también conocido como imbibición.

- El analito puede interactuar con la superficie de la partícula debido a fuerzas intermoleculares como las fuerzas de Van der Waals o interacciones dipolo-dipolo. Las interacciones de la superficie pueden resultar en un desplazamiento de agua u otros solventes por la reacción del solvente con el analito. En el proceso de adsorción, el analito puede competir por los activos, por lo que la adsorción tiene limitaciones. Tres pasos ocurren durante la adsorción, estos son:
 - Difusión molecular, cuando el analito pasa a través de la capa de la interfase sólido-líquido.
 - Difusión de poro, cuando el analito pasa a través de poros de la fase sólida.
 - Reacción de adsorción, cuando el solvente interactúa con la superficie de la partícula.

- Si el componente es ionizable en solución acuosa, puede existir una atracción electrostática entre el solvente y los sitios cargados en la superficie de la partícula, muchas veces conviene tener estos tipos de solventes porque favorecen grandemente la extracción.

Es importante conocer los llamados poros muertos, que son cavidades que tienen tope, por lo que intervienen negativamente en la difusión ya que funcionan como una resistencia extra a la difusión y por lo tanto a la transferencia de masa en la lixiviación, a continuación se muestra con más detalle que es un poro muerto.

Figura 17. **Demostración gráfica de un poro muerto (difusión en un sólido poroso: poros tortuosos con bifurcación)**



Fuente: BIOMOLÉCULAS (3).

2.9.1. Procesamiento post-cosecha

El procesamiento post cosecha tiene como objetivo la conservación de las características físicas, químicas, organolépticas y farmacológicas de la droga 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 (4).

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, y contaminación por hongos y bacterias. La etapa más importante del procesamiento post cosecha es, sin duda, el secado. La industria utiliza productos secos, lo cual facilita su conservación por períodos de tiempo prolongados.

El contenido de humedad de la semilla de melón frescas varía de 40 % a 60 %. El proceso de secado reduce este contenido a 5 – 12 %.

El secado interrumpe los procesos de degradación causados por enzimas o fermentos, impide el desarrollo de microorganismo y las reacciones de oxidación y 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 °C 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.

La manera cómo va a ser realizado el secado debe determinarse experimentalmente para cada caso. Un secado lento puede causar alteraciones perjudiciales antes que el proceso se haya terminado, por la acción de las enzimas, los hongos y las bacterias. Un proceso de secado muy rápido endurece la capa superficial de las células e impide la evaporación del agua que está dentro del órgano lo que propicia la acción de enzimas en su interior, causa la volatilización de los aceites esenciales originando productos con una pésima presentación comercial.

El proceso de secado puede ser realizado al sol o a la sombra, extendiendo la semilla en capas finas, en una superficie limpia. Sin embargo, este proceso no permite un control de la temperatura y debe interrumpirse cuando comienza a anochecer, recogiendo las plantas y guardándolas en un local cubierto, para impedir la absorción de la humedad durante la noche. Los

mejores resultados se obtienen utilizando secadores solares o secadores que operan con aire caliente.

2.10. Materiales animales y vegetales

Los cuerpos vegetales y animales tienen una estructura celular, los productos naturales que se van a lixiviar a partir de estos materiales se encuentran generalmente dentro de las células. En ocasiones, la velocidad de lixiviación es bastante baja, debido a que las paredes celulares constituyen una resistencia adicional a la difusión (4).

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 como para liberar el contenido de las células es poco práctico y algunas veces indeseable.

En el caso de muchos productos farmacéuticos, recuperados a partir de raíces, tallos, hojas vegetales y semillas, el material vegetal con frecuencia se seca antes del tratamiento; esto favorece la ruptura de las paredes celulares y la liberación del soluto mediante la acción directa del disolvente.

Las semillas vegetales y los cereales, tal como la soya, se aplanan o se hacen hojuelas para obtener partículas de 0,15 a 0,5 mm por medio de un proceso de laminación para formar pequeñas escamas. Por supuesto, las células tienen un tamaño menor, pero se rompen bastante debido al proceso de formación de hojuelas; entonces los aceites se ponen más fácilmente en contacto con el disolvente.

2.11. 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. Los numerosos fenómenos que se presentan en este proceso hacen poco práctico y casi imposible aplicar una teoría definida a la acción de lixiviación (3, 5).

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 (2).

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. En la lixiviación de rebanadas delgadas de remolacha de azúcar el proceso mecánico previo rompe, más o menos, una quinta parte de las células. Entonces la lixiviación del azúcar es similar a un proceso de lavado (2). En las células restantes, el azúcar se difunde al exterior a través de las paredes celulares. El resultado neto de ambos procesos de transferencia no sigue una ley de difusión simple con difusividad efectiva constante.

En el caso de la soya, los granos enteros no se pueden lixiviar con eficacia. La trituración con rodillos para obtener escamas pequeñas de los granos rompe las paredes celulares, por lo que el disolvente penetra con mayor facilidad por acción capilar. La velocidad de difusión del soluto de aceite de soya desde las escamas de soya, impide una interpretación simple. Cierta método (O_2) para diseñar extractores a gran escala se basa en experimentos de laboratorio con escamas.

La resistencia a la transferencia de masa del soluto desde la superficie sólida hasta el disolvente general, suele ser bastante pequeña en comparación con la resistencia a la difusión dentro del propol externo no produce efectos apreciables sobre la velocidad de extracción (2).

2.12. Métodos de extracción

Antes de empezar un proceso extractivo en una escala piloto o industrial, se debe definir la selectividad del solvente a ser usado en el proceso. Dependiendo del propósito al que se destine, se puede obtener un extracto cuya composición químicos de la planta, o un extracto que contiene solamente constituyentes químicos con una determinada característica. En el primer caso,

normalmente se usa un solvente de naturaleza general, de alta polaridad, como el alcohol etílico o el metanol (4).

En el segundo caso se emplea un solvente selectivo, de menor polaridad, como el hexano o acetato de etilo que sólo extrae de la planta las grasas vegetales y otros componentes apolares. La selección del solvente de extracción, así como la permanencia en la composición química de la materia vegetal, representan dos aspectos de suma importancia en cualquier proceso de fabricación, bien sea de productos fitoterapéuticos o bien sea de sustancias naturales aisladas.

La materia prima vegetal en la industria de fitofármacos está representada, en la mayoría de las ocasiones, por la materia prima seca. De esta manera, cuando la materia prima se pone en contacto con el solvente se inicia un proceso opuesto al proceso de secado que tiende a reconstituir el estado original de la célula.

Inicialmente el solvente penetra en la célula vegetal y expelle el aire contenido en el citoplasma, dándose inicio de esta forma el proceso extractivo. La penetración del solvente en la célula induce un momento bipolar en las moléculas de los compuestos que van a ser extraídos. Es de esta manera como las sustancias extraíbles se adhieren a las moléculas del solvente.

La capacidad de asociación puede expresarse en términos de la constante dieléctrica (ϵ). Cuanto más polar sea un solvente mayor será su respectiva constante dieléctrica. Compuestos ionizables y/o altamente polares se disuelven en solventes de elevada constante dieléctrica; al igual que compuestos apolares se disolverán en solventes de baja constante dieléctrica (2).

La salida del complejo “materia prima-solvente”, en el caso de células enteras, depende del equilibrio entre la concentración de este complejo en el interior y en el exterior de la célula. Los procesos extractivos interfieren en la constante de equilibrio desplazándola hacia el exterior de la célula.

3. METODOLOGÍA

3.1. Variables

La definición operacional de las variables se divide en: variables del proceso extractivo, procesos de extracción, monitoreo del proceso, para lo cual se realizó una adaptación del cuadro de variables que aparece en la siguiente figura (6):

Figura 18. Cuadros de Variables

Descripción de variables involucradas					
23'	4"&+"1,)'	-+.).+%*','	!"#\$%&'(%\$)+#+"', '-)'	!"#\$%&.''	!"#\$%&'(%\$)+#+"', '-)'
			!"/%'	()&\$0&1"-&&).''	
			#256785796'	48;:8<=96'	#257:2=8<=96'
					-9'
					:>?'2'
	Análisis de Equipo				
@'	('J8K2:'')57:8?8'	(.+'	Y'	'	'
A'	+579:L8M<;8?2:'	'	'	Y'	'
B'	\$3')3'N=>;?2'L2:808'	U' #'	Y'	'	'
C'	\$3'.3'N=>;?2'L2:808'	U' #'	'	Y'	'
D'	\$3')3'N=>;?2'7><26'	U' #'	Y'	'	'
E'	\$3'.3'N=>;?2'7><26'	U' #'	'	Y'	'
F'	!=>P2'MQ6'?9'8R>8'	VRW6'		Y'	'
	Análisis de Ambiente externo:				
G'	\$9MK9:87>;8'8M<3'	U' #'		'	Y'
H'	('87M26NS;L8'	87M'		'	Y'
@I'	T>M9?8?'	X'		'	.+)'
.+)'Z'.;5'M8 [2:';5N=>95L;8'95'=8'9\K9;M9578L;]5'2<P97;J23'					
Descripción de variables a manipular					
23'	4"&+"1,)'	-+.).+%*','		&85R2'-9'48;:8L;]5'	
@'	*23'?9';579:L8M<;8?2:'-3'#3'			@D^'@B^'@@^'@I'['@E'?9N=9L73'	
A'	!=>P2'MQ6;L2'?9'8R>8'		VRW6'	I3B'_I3C''	

Fuente: aplicación del diseño experimental en el desarrollo de las prácticas internas, en el área de operaciones unitarias.

Tal adaptación se puede apreciar en los siguientes cuadros de variables inherentes a esta investigación:

Tabla II. **Variables del proceso extractivo**

Núm.	Variable	Unidad	Factor Potencial de Diseño		Factores Perturbadores	
			Constante	Variable	Controlables	De Ruido
<i>Ensayo</i>						
1	Naturaleza de la partículas	N/A		X		
1.1	Tamiz		X			
2	Agitación	% & partes	X			
3	Temperatura de proceso	N/A	X			
4	Naturaleza del solvente	mm		X		
5	Tiempo de extracción	mm	X			
6	Relación sólido/líquido	mm	X			
7	Etapas de extracción	kg _r	X			
8	Temperatura del ambiente	°C				SIE
9	Presión Barométrica	mmHg				SIE
10	Humedad	%				SIE
SIE: Sin mayor influencia en la experimentación objetivo. ESP: Especificación por método. N/A: No Aplica.						

Fuente: elaboración propia.

Tabla III. **Procesos de extracción**

Núm.	Variable	Unidad	Factor Potencial de Diseño		Factores Perturbadores	
			Constante	Variable	Controlables	De Ruido
1	<i>Ensayo</i> Tipo de extracción	N/A	X			
3	Temperatura del ambiente	°C				SIE
4	Presión Barométrica	mmHg				SIE
5	Humedad	%				SIE
SIE: Sin mayor influencia en la experimentación objetivo. ESP: Especificación por método. N/A: No Aplica.						

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. **Monitoreo del proceso**

Núm.	Variable	Unidad	Factor Potencial de Diseño		Factores Perturbadores	
			Constante	Variable	Controlables	De Ruido
	<i>Ensayo</i>					
1	Densidad	N/A		X		
2	Pérdida de peso del sólido	% & partes		X		
3	Índice de refracción	N/A		X		
4	Sólidos extractables	mm		X		
11	Temperatura	°C				SIE
12	Presión Barométrica	mmHg				SIE
13	Humedad	%				SIE
SIE: Sin mayor influencia en la experimentación objetivo. ESP: Especificación por método. N/A: No Aplica.						

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Descripción de variables a manipular**

Núm.	Variable	Unidad	Rango de Variación
1	Naturaleza de las partículas	N/A	Cotiledón y Pergamino de la semilla del melón Cataloup
2	Naturaleza del solvente	N/A	Hexano y acetato de etilo (solventes no polares, pureza grado reactivo)

Fuente: elaboración propia.

3.1.1. Variables del proceso extractivo

Las variables que interfieren en el proceso de extracción, independiente de la escala de producción o del tipo de producto final, son: las características de la partícula, la agitación, la temperatura, el pH, la naturaleza del solvente, el tiempo de extracción, relación sólido/líquido y las etapas de extracción (11).

La capacidad de una mezcla de solventes de inducir un momento bipolar puede ser calculada. La constante dieléctrica del sistema depende de la constante de cada uno de ellos y de su respectivo porcentaje en la mezcla. Siendo así se puede calcular la constante dieléctrica del sistema a través de la ecuación:

$$\epsilon_{del\ sistema} = \frac{\epsilon_A x \%A + \epsilon_B x \%B + \dots + \epsilon_n x \%n}{100} \quad \text{Ecuación 1}$$

Los solventes más usados en las industrias de productos fitoterapéuticos son el agua, el alcohol etílico, hexano, acetato de etilo, la glicerina, el propilenglicol y mezclas de estos líquidos.

En la industria de aislamiento de productos naturales puros, los solventes más utilizados son los hidrocarburos, los hidrocarburos clorados, los alcoholes, los ésteres, los éteres, las cetonas y los aceites.

En el proceso de escogencia de un solvente determinado es necesario considerar aspectos relacionados con la seguridad y los riesgos en cuanto a una posible contaminación ambiental. Sin embargo, el aspecto más importante a ser considerado es el grado de toxicidad del solvente. En el supuesto caso en que parte del solvente permanezca en el producto acabado, el solvente debe ser aprobado por el órgano nacional responsable del registro del producto fitoterapéutico. Por esta razón, los productos fitoterapéuticos son elaborados, principalmente, con mezclas hidro-alcohólicas.

En el caso de aislamiento de productos naturales puros, pueden usarse otros solventes orgánicos, incluso mezclas azeotrópicas. Estas mezclas mantienen la misma concentración relativa de sus componentes cuando alcanzan su punto de ebullición y el punto de ebullición de la mezcla es inferior al del componente cuyo punto de ebullición es más alto, por lo cual pueden ser usados en procesos extractivos, incluso del tipo Soxhlet, ya que no se presenta la separación de los componentes de la mezcla.

El agua utilizada en los procesos extractivos no necesita ser desmineralizada o destilada, puesto que la materia prima vegetal contiene sustancias minerales en diferentes concentraciones. Por consiguiente, es suficiente que el agua pase por las pruebas que la clasifican apta para el consumo humano, es decir que sea potable, y será utilizada siempre y cuando no posea dureza excesiva y tenga pureza microbiológica compatible.

Durante el proceso de extracción ocurren dos fenómenos paralelos: la lixiviación de las sustancias solubles de células rotas y 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.

3.1.1.1. Características de las partículas

Primeramente, debe considerarse el tamaño de partícula adecuado. La reducción de partículas tiene gran importancia, porque aumenta el área de contacto y disminuye el tiempo necesario para la extracción, sobre todo para sólidos de baja porosidad. Por otro lado, al maximizar el contacto de área por unidad de volumen se reduce el tamaño del equipo (11).

Sin embargo, al romper completamente la estructura se puede perder la selectividad y obtener muchos productos indeseables, por lo que es necesario evaluar el tamaño de partícula óptimo.

Si se va a lixiviar un sólido en la forma de grandes rocas, con frecuencia se debe decidir si han de triturarse hasta pedazos grandes, si ha de realizarse la lixiviación por percolación o si se molerán finalmente y si la lixiviación será realizada mediante agitación y sedimentación.

Entre algunas consideraciones se encuentran las siguientes. El molido fino es más costoso, pero proporciona una lixiviación más completa y más

rápida. Tiene la desventaja de que siendo el peso del líquido asociado con el sólido sedimentado tan grande como el peso del sólido, más, se utilizará una cantidad considerable de disolvente para eliminar del sólido lixiviado el soluto y la solución resultante estará diluida.

Las partículas trituradas grandes, por otra parte, se lixivian con más lentitud y posiblemente de modo menos completo, pero a lo largo del drenado pueden retener relativamente poca solución, requieren menos lavado y, por lo tanto, proporcionan una solución final más concentrada.

En el caso de sólidos más fibrosos, se ha demostrado que la lixiviación es por lo general más eficiente en un tanque bien agitado que por percolación, probablemente debido a que la gran cantidad de retención estática del líquido hace imposible la obtención de cantidades importantes del soluto.

Asimismo, debe estudiarse la geometría de la partícula, pudiendo ser esta irregular o regular. Si es regular pueden encontrarse formas cúbica, hexagonal, esférica o cilíndrica.

Otra característica importante es la porosidad, ya que esta propiedad permite que el líquido penetre a través de los canales formados por los poros dentro del sólido, aumentando así el área activa para la extracción. Sin embargo, pueden existir sólidos no porosos o con poros cerrados; causando mayor dificultad en el momento de extracción.

Finalmente, debe determinarse la densidad y extensión de la Norma ASTM C-188 para sólidos biológicos observando la existencia o no de un cambio en la misma al cambiar el tamaño de la partícula, lo cual puede dar una

idea de su porosidad. Esto puede llevarse a cabo con el uso de un matraz de Le Chatelier, de la siguiente manera:

- Pesar la muestra del material biológico.
- Ingresar al matraz de Le Chatelier el solvente y anotar el volumen inicial.
- Dejar caer la muestra en el matraz con mucho cuidado para que no se quede en las paredes del matraz y se vaya directo al fondo.
- Agitar constantemente para que las burbujas de aire atrapadas dentro de los intersticios del material biológico salgan y no afecten en los cálculos.
- Dejar reposar la muestra; muchas veces debido a las características del solvente a utilizar, se deberá poner el matraz de Le Chatelier en baño maría para que la temperatura no afecte en los cálculos.
- Anotar el volumen final.
- Calcular el volumen desplazado.
- Determinar la densidad.

3.1.1.1.1. Análisis de tamiz (Granulometría)

El tamizaje es una de las técnicas más antiguas de clasificaciones de polvos, están dentro de las más usadas a nivel mundial, y una de las menos costosas técnicas para la determinación del tamaño de partículas dentro de un rango de tamaños (4, 11).

La preponderancia de aplicaciones usadas en esta técnica puede ser atribuida a la relativa simplicidad de la técnica, muy pequeña inversión, altos desempeños y no se necesita mucha experiencia y esta técnica puede ser utilizada en un rango bastante grande, desde 100 mm hasta 20 μm . Una prueba de tamices es un aparato diseñado para medir las partículas retenidas más

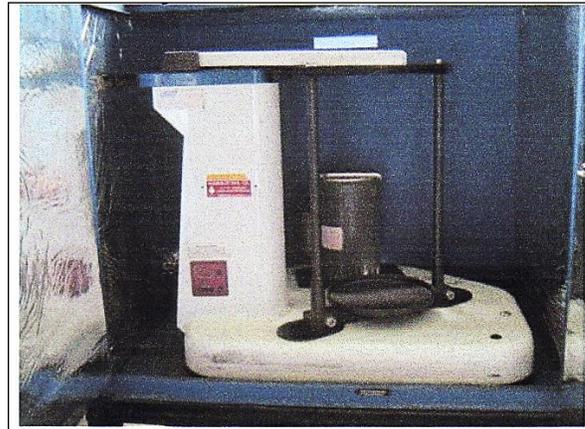
grandes que un tamaño designado, mientras permite que pasen a través del aparato partículas más pequeñas.

Cada tamiz tiene aberturas que van disminuyendo con respecto a la anterior, por lo general en una serie de $2^{1/n}$. Al vibrar las mallas, las partículas caen a través de ellas hasta alcanzar un tamiz en el que la abertura es demasiado pequeña para que pase la partícula. El tamaño de las partículas se expresa como una longitud media apropiada entre las aberturas del tamiz anterior y el que retiene a la partícula.

El método consiste en agitar una muestra a través de una pila de tamices con decreciente tamaño de partículas. El tamiz con la más grande apertura es colocado hasta arriba y el de la apertura más pequeña es colocado hasta el fondo. La distribución del tamaño es reportada como la masa retenida en un tamiz dado, pero puede también ser reportada como la masa acumulada retenida en todos los tamices o como la fracción de masa acumulativa en un tamiz dado.

La acción vibratoria influye sobre la eficiencia del conjunto de mallas de manera que resulta deseable un movimiento vibratorio reproducible. La siguiente figura muestra el tamizador que se tiene en el centro de investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la Universidad San Carlos de Guatemala.

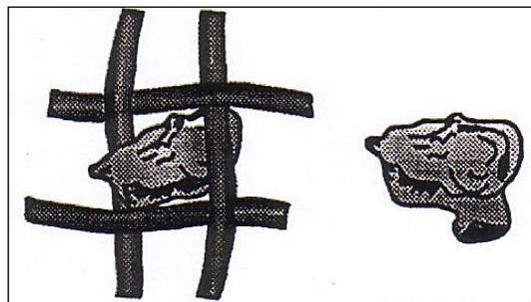
Figura 19. **Tamizador del CII de la USAC**



Fuente: elaboración propia.

Los tamices son clasificados con base en sus aperturas como gruesos, medianos y finos. Los tamices gruesos tienen aperturas en el rango de 100 mm a 4 mm, los tamices medianos en un orden de 4 mm a 200 μm y los finos debajo de los 200 μm . Algunas ASTM para el análisis de tamices son ASTM E 11-95, E 161-96 y E 323-80.

Figura 20. **Funcionamiento del análisis por tamizado**



Fuente: fundamentos de tecnología y productos fitoterapéuticos.

3.1.1.2. 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, 5).

3.1.1.3. Temperatura de proceso

Al aumentar la temperatura se aumenta la velocidad de lixiviación porque la solubilidad del soluto es mayor y porque a la vez aumenta la transferencia de masa. A temperaturas elevadas la viscosidad del líquido es menor y mayor las difusividades por corriente de convección, lo que incrementa la rapidez de lixiviación. Sin embargo, la temperatura máxima para cada sistema está limitada por: el punto de ebullición del solvente, el punto de degradación del producto y/o del solvente, solubilidad de impurezas y por economía (11).

3.1.1.4. Naturaleza del solvente

Dependiendo de la finalidad deseada, 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 (4).

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. El hexano y acetato de etilo son los solventes más utilizados para la obtención de fracciones lipídicas.

3.1.1.5. Tiempo de extracción

El tiempo de lixiviación es un factor importante que incide en el porcentaje de recuperación del soluto. Por lo general, a mayor tiempo de contacto, mayor será la cantidad extraída. Sin embargo, transcurrido cierto tiempo de lixiviación, la extracción del material cesa, debido a que el sólido está completamente agotado (11).

El tiempo de extracción depende principalmente del tamaño de la partícula y de la influencia de factores de transferencia de masa y de operación. Esto en realidad puede fraccionarse para explicarse los fenómenos de transferencia de masa ocurridos:

- El disolvente se transfiere del volumen de solución a la superficie del sólido, es decir se da el fenómeno de adsorción inicialmente.
- Después, dicho solvente penetra o se difunde en el sólido por medio de absorción.
- El soluto se disuelve en el disolvente.
- Entonces el soluto se difunde a través de la mezcla del sólido y disolvente hasta la superficie de la partícula. Esto ocurre debido a que los poros se han saturado, y existe por lo tanto un gradiente de concentración entre estos y las afueras de los mismos. De modo, que los poros saturados se drenan debido al efecto de la difusión.

- Finalmente, el soluto se transfiere a la solución general.

Debido a estos fenómenos, el sólido va volviéndose cada vez más poroso, lo cual aumenta el área de contacto y facilita el proceso de extracción. El aumento en la porosidad del sólido puede determinarse experimentalmente por medio del cambio en la densidad del sólido antes de lixiviar y del sólido ya agotado.

Por otro lado, entre los factores operacionales que interfieren en el tiempo de extracción, se puede mencionar a la agitación en el caso de la maceración dinámica, ya que la agitación permite que los fenómenos de transferencia de masa mencionados ocurran más rápidamente.

En el caso de la percolación, el tiempo que debe considerarse es el tiempo de residencia, es decir el tiempo que tarda el solvente en atravesar al sólido lixiviable.

3.1.1.6. Relación sólido/líquido

Al variar la proporción existente entre el sólido y el disolvente pueden observarse cambios significativos en la eficiencia de lixiviación, pues esta dependerá de la solubilidad del soluto y la acción del disolvente durante la transferencia de masa. Asimismo deberá considerarse la saturación de la solución extractora; ya que al alcanzarse este punto cesará su capacidad de extracción (2, 4, 5).

Aunque, también es importante mencionar que por razones de economía no es conveniente utilizar una proporción sólido/líquido demasiado pequeña, puesto que la solución obtenida se encontrará muy diluida; por lo que será

necesario un gasto mayor en recursos para la concentración posterior de la misma.

Por otro lado, la proporción sólido/líquido incide en el área de contacto, la cual también es importante para el proceso de difusión. Esta relación puede expresarse como: masa de sólido/volumen de solvente masa de sólido/masa de solvente o bien volumen de sólido/volumen de solvente.³

3.1.1.7. 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. Por ejemplo utilizando 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 (2, 4, 5).

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.

³ MONTENEGRO, Claudia. *Estudio experimental de la operación unitaria de separación sólido-líquido a nivel laboratorio, mediante la evaluación de diversos parámetros de interacción influyentes y de respuesta.* p. 125.

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.

3.1.1.8. Temperatura del ambiente

La temperatura (T) es una magnitud referida a las nociones comunes de caliente, tibio, frío que puede ser medida, específicamente, con un termómetro.

En este caso la temperatura (T) será una variable de control expresada en grados Celsius ($^{\circ}\text{C}$) ó en grados Fahrenheit ($^{\circ}\text{F}$), para llevar a cabo el almacenaje y los ensayos.

3.1.1.9. Humedad

La humedad (H) ó humedad relativa (grado de humedad) es la cantidad de agua (vapor de agua) presente en aire, expresada en forma relativa de acuerdo con tal definición, la humedad relativa es la relación entre la cantidad de vapor de agua real que contiene el aire y la que necesitaría contener para saturarse a una temperatura idéntica, tal cantidad está expresada en forma de porcentaje (%).

En este caso la humedad será una variable de control, para llevar a cabo el almacenaje y los ensayos.

3.1.1.10. Presión Barométrica

Es la presión de la atmósfera en una localización específica. Puede estar expresada en bares (bar), Pascales (Pa), milímetros de mercurio (mmHg), pulgadas de mercurio (inHg), libras por pulgada cuadrada (psi), entre otras.

3.1.2. Procesos de Extracción

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. Los procesos de extracción pueden ser divididos en dos grupos (4):

- 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 y la maceración dinámica. Los procesos que agotan completamente la materia prima son: la percolación, la reperlación y la extracción en contra corriente.

Los procesos de maceración y de percolación están descritos en la mayoría de las farmacopeas. La primera edición de la Farmacopea Brasileña describe cuatro procesos generales de preparación de extractos. Todas las farmacopeas especifican el solvente, la relación entre la materia prima y el solvente, y la técnica a ser utilizada.

Las descripciones precisas de la técnica eran la garantía de la calidad del extracto en una época en que pocos constituyentes activos de las materias

primas eran conocidos y las técnicas analíticas eran menos sofisticadas. Modernamente, los extractos se caracterizan por el contenido de sus constituyentes activos, determinación del residuo seco y del contenido alcohólico, no detallándose el proceso de su obtención.

3.1.2.1. Maceración

La maceración se divide en estática o dinámica. La primera consiste en mantener sumergida por un tiempo suficiente una sustancia sólida en un líquido para extraer de ella las partes solubles en el mismo, mientras que la segunda consiste en que el material se pone en contacto permanente con el solvente, realizando agitación para influencia del gradiente de concentración. De modo, que la extracción puede llevarse a cabo más rápidamente por medio de maceración dinámica que con maceración estática (4).

En una operación de lixiviación típica, la mezcla sólida a ser separada está formada de partículas insolubles y de partículas solubles en los solventes utilizados (acetato de etilo y hexano). De modo que el solvente agregado debe corresponder a las características físico-químicas de los componentes a extraer del sólido utilizado.

De este modo ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos se difunden desde el sólido a la fase líquida, lo que permite una separación de los componentes originales del sólido. La solución obtenida como producto consiste en el disolvente y en el soluto soluble.

En un caso ideal, todo el soluto es disuelto por el solvente y ningún otro componente es obtenido simultáneamente. Sin embargo, en realidad no se logra extraer el material deseable en su totalidad y también es posible que otros

componentes sean disueltos debido a que presentan solubilidad en el medio seleccionado y por lo tanto también serán obtenidos como producto.

No pudiendo evitarse esto en la mayoría de los casos, pues no existe un solvente específico y único para cada componente. Además de que por lo general no se utilizan solventes puros, por lo que el agua se ve involucrada, y en esta última una gran variedad de componentes se solubilizan.

Por todo esto, es necesaria una separación y purificación del componente deseado, luego de su extracción. (4)

3.1.2.2. Percolación

Consiste en pasar el solvente a través de la especie, hasta su completa extracción. Se utiliza una etapa preliminar de humedecimiento de la especie, para facilitar el paso del solvente, aumentando el contacto, evitando la formación de falsas vías que perjudican la eficiencia del proceso (4).

La etapa preliminar de humedecimiento aumenta la porosidad de la pared celular, facilitando la difusión de las sustancias extraíbles hacia el exterior de la célula. Esta etapa debe realizarse fuera del percolador, para evitar el exceso hinchamiento de la especie, que se comprimiría en las paredes del percolador interrumpiendo el paso del solvente.

En la manufactura de los extractos la percolación es el método más común. La materia cruda a ser extraída se reduce a pedazos de un tamaño apropiado, si es necesario, luego se mezcla íntimamente con una porción del disolvente especificado y se deja reposar por 15 minutos. La mezcla se transfiere al percolador y se añade cantidad suficiente del solvente especificado para cubrir toda la masa sólida. La mezcla se deja percolar lentamente (a una tasa no mayor de 1 mL/min. para 1 000 gramos de material), cubriendo siempre

la muestra con una capa de disolvente. El residuo puede ser sometido a presión y el fluido obtenido es combinado con el percolado.

El percolado es concentrado, generalmente por destilación bajo presión reducida, de manera que los constituyentes de interés sean sometidos a la menor cantidad de calor posible.

3.1.2.3. Equipos de laboratorio para extracción sólido-líquido

El objetivo de la extracción es disolver uno o más constituyentes de la sustancia por el tratamiento con un solvente. Cuando la sustancia es un sólido que puede ser permitido extraerse a temperaturas normales o a elevadas temperaturas, la solución o extracto obtenido puede ser separado o purificado posteriormente (4).

En el laboratorio, muchas extracciones son hechas con solventes diferentes al agua, en éstos los aparatos para hacer la lixiviación, consisten en:

- Un matraz (recibidor) donde el solvente es llevado a ebullición y donde el extracto retorna.
- Un tubo o espacio para conducir el vapor a un condensador el cual retorna el líquido; si este tubo es afuera del aparato, entonces la extracción en frío toma lugar, pero si el tubo está alrededor del vaso de extracción o si el vapor ascendente es una mezcla con el condensado recorriendo la sustancia extractable, la operación de lixiviación puede ser conducida a temperaturas arriba del punto de ebullición del solvente.
- El vaso de extracción.

Las formas en que un aparato de extracción sólido-líquido puede ser de acuerdo al tipo de extracción son:

- Percolación
- Infusión Continua
- Infusión Intermitente

La infusión intermitente tiene la ventaja de que la solución en contacto con la sustancia es periódicamente reemplazada con una fresca cantidad de solvente. Los aparatos de Szombathy y el de Soxhlet con el simple uso del sifón han traído un grado mayor de perfección.

Si el solvente requerido para una extracción es una mezcla de líquidos de diferentes puntos de ebullición se debe entonces, tomar mucho en cuenta la selección del aparato a usar porque algunos tipos de aparatos que incluyen un sifón no operan satisfactoriamente con dichas mezclas de solventes (11).

La dificultad frecuentemente se eleva en tratamientos de materiales biológicos ya que el aparato regularmente requiere de algún tipo de papel filtro y este debe ser el correcto para que la migración de los extractos solubles sea exitosa, además, el aparato se complica debido a que debe de tener una cámara de diámetro adecuado para que quede justo a la medida en el papel filtro o en el dedal. Muchos accesorios han sido diseñados para simplificar las extracciones o para reducir el tiempo de extracción; algunos aparatos recolectan el condensado en un matraz aparte para que al final de la extracción, dicho solvente puede ser destilado y recuperado sin desconectar el aparato.

Cuando se usan los tipos de aparatos en los que una infusión intermitente toma lugar, muchas veces es conveniente saber la velocidad del condensado,

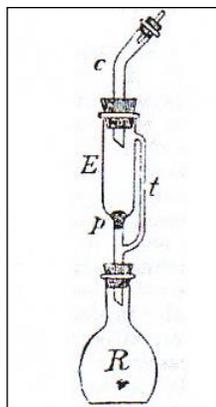
que será comparado con la velocidad a la que es llenado el sifón (como una manera de estudiar la dificultad de paso por la forma del lecho o el período de humectación de la partícula) y con esto poder sacar conclusiones más adelante; además es muy sencillo conocer el número de etapas de extracción que se han realizado en determinado tiempo (10).

Los aparatos de percolación son los siguientes:

3.1.2.3.1. Aparato de extracción de Zulkowski

La sustancia al ser extraída se pone en el vaso de extracción E, que es soportado por un tapón de algodón de lana p, el vapor del solvente empieza a bullir desde el matraz R, pasa por el tubo de al lado t, y se combina en el vaso E luego pasa con un adaptador c, a un condensador. El líquido condensado fluye nuevamente y lixivia el material biológico en el vaso E y el extracto cae nuevamente en el matraz R; muchas mejoras han sido propuestas.

Figura 21. Aparato de extracción de Zulkowski

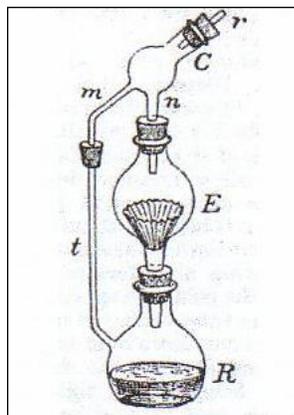


Fuente: *practical methodology and applications*.

3.1.2.3.2. Aparato de extracción de Drechsel

Un papel filtro doblado que quepa justo en los lados del vaso es puesto en el globo E, y en ese papel filtro descansa el material biológico a extraer. El solvente es puesto a bullir en el matraz R, que tiene un tubo delgado fusionado en uno de sus lados y a través del tubo m, conectado con t, y éste conectado con C para un condensador de reflujo a través de r. El líquido condensado fluye nuevamente a través de C y es dirigido por el tubo n al globo E donde cae en el material biológico y lo lixivia y retorna nuevamente al matraz R.

Figura 22. **Aparato de extracción de Drechsel**



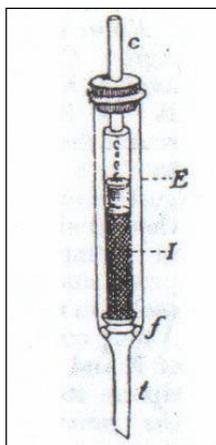
Fuente: *practical methodology and applications*.

3.1.2.3.3. Aparato de extracción de Tollens

El material biológico a ser extraído es puesto en el tubo interior I, que es ligeramente contraído al fondo f, que es expandido a la orilla donde un papel filtro es colocado. El tubo I es puesto en un tubo de mayor diámetro E y descansa en el fondo en pequeñas varillas dobladas en el fondo f, que previene el cerrado de la apertura en la parte angosta t, el cuello t, es colocado en un corcho dentro del matraz que contiene un condensador.

Las gotas del líquido condensado caen nuevamente a I y lixivian el material biológico colocado ahí. Este aparato es muy delicado para trabajar debido a que las varillas de vidrio colocadas en el punto f, son muy frágiles, las ventajas residen en rápidas y eficientes extracciones.

Figura 23. Aparato de Extracción de Tollens



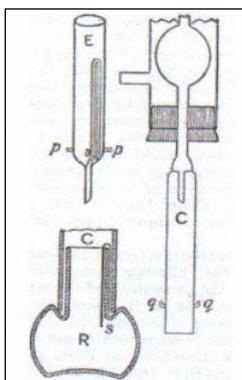
Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.2.3.4. Aparato de extracción de Knorr

Este aparato rechaza el uso de corcho y juntas de vidrio frágiles. R es un pequeño matraz hecho de vidrio soplado para formar una pequeña depresión anular soportada en este cuello con pequeñas proyecciones pp, soportado en un tubo E con un sifón interno, o un simple tubo se filtra a continuación que termina en un punto con un disco de platino perforado sellado cerca del punto de apoyo.

Un largo tubo C, se reduce al percolador o el tubo sifón y se inscribe en la depresión en el cruce de R que está apretado con un poco de mercurio. R está en la posición de la banda elástica que pasa por debajo de ella y que se adjunta a las proyecciones qq en la cobertura del tubo, ésta se funde a un condensador, s es un pequeño sifón para eliminar los disolventes que puedan recoger entre la cubierta y el cuello del matraz. Al final de la extracción, el disolvente puede ser destilado a través de un adaptador que cace en la junta de mercurio

Figura 24. Aparato de Extracción de Knorr



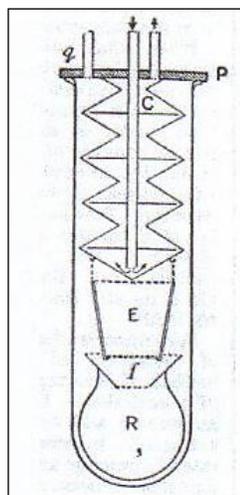
Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.2.3.5. Aparato de extracción de Wiley

Es un aparato de diseño compacto, evita todos los corchos y las articulaciones. Una placa de latón P. Un condensador C metálico, en cuatro secciones cada una compuesta por dos conos de base fija a la plataforma, adjuntados a P. Los platos son circulares y directos al vapor de agua contra los lados.

La sustancia que se extrae descansa sobre el asbesto en un crisol E que tiene un fondo perforado extraíble y que cuelga desde el condensador. El extracto se puede coleccionar ya sea en el tubo o en un pequeño frasco R, equipada con un embudo f; en este último caso, el mercurio se coloca entre R y el tubo. El disolvente es introducido en q que se cierra después de que el disolvente ha hervido por un tiempo y expulsado el aire del aparato.

Figura 25. Aparato de Extracción de Wiley

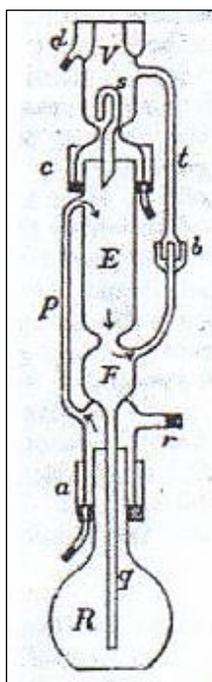


Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.2.3.6. Aparato de extracción de Wollny

Este tipo de aparato se encuentra construido en tres secciones unidas por sellos de mercurio. El disolvente se hierve en el matraz R, o en un frasco exterior, en cuyo caso el vapor sube el tubo p, pasa a través de la extracción de la cámara E, que contiene el material que se extrae en un dedal, y luego a través del tubo de t para la cámara V, que lleva al condensador. El condensado vuelve a V y recoge allí hasta el sifón s que se llena y opera. La carga de líquido es transferido al material en E y después se percola a través de todo el sólido, pasa a través de F y el tubo q al receptor R. a, b, c, d representan los sellos de mercurio.

Figura 26. Aparato de extracción de Wollny



Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.2.3.7. Aparato de extracción de Scheibier

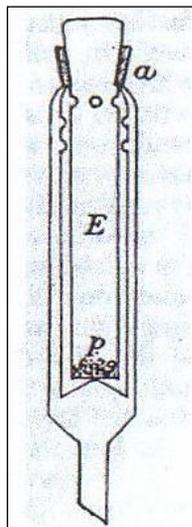
En este tipo de aparato se encuentran mejoras al primer aparato, ya que no podía ser suficientemente amplia como para sostener grandes cantidades sin peligro de que el disolvente se filtrara en un canal a través de la sustancia y dejar parte del sólido sin extraer, diseñó una modificación de infusión continua con desbordamiento.

Su construcción es de metal, la sustancia que se extrae se deja reposar en la sala E, el hilo de gasa de fondo que está cubierto con una capa de algodón en rama p. El vaso E encaja un tubo exterior con una superficie en común.

El vaso exterior consta de dos tubos sellados juntos en el cuello a; el exterior es limitado en el extremo inferior para encajar el cuello del matraz que contiene el disolvente; el interior es cerrado por debajo y dobladas como se muestra y tiene dos filas de perforaciones cerca de la parte superior. E tiene una fila de agujeros justo debajo del cuello.

El aumento de vapor en el vaso, pasa a través de la fila superior de los agujeros en el medio tubo, y luego a través de los agujeros en E al condensador. El líquido, tras caer de nuevo en E, es filtrado a través de la sustancia acumulada en el interior de los vasos hasta el desbordamiento de anillo inferior de perforaciones en el medio vaso.

Figura 27. **Aparato de extracción de Scheibler**



Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

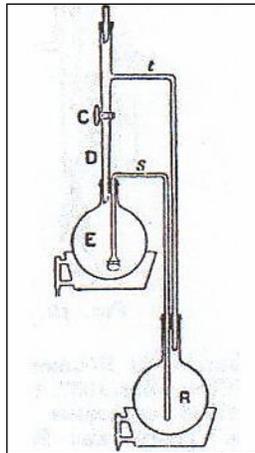
Los aparatos que funcionan de acuerdo a una infusión intermitente son:

3.1.2.3.8. Aparato de extracción de Auld y Pikle

La sustancia disolvente y se coloca en un gran perno de cabeza matraz E, que se calienta en un baño de María. El vapor se eleva a través de un amplio tubo D, siempre con un gran agujero del grifo C, para el condensador en la parte superior. S es un largo tubo que termina en E en un pequeño embudo lleno de lana y algodón cubierto con multa muselina o tela de algodón; el otro extremo de s lleva al receptor R. Un tubo bastante amplio, r pasa de D, por encima de C, a R.

Cuando el solvente está saturado, C está cerrada por un momento, y la presión de vapor de las unidades lleva la solución a través de s, que actúa como un sifón. El solvente hierve ahora en I y el vapor se eleva a través de t, se condensa y cae de nuevo en E. La operación se repite hasta que la extracción se ha completado.

Figura 28. **Aparato de extracción de Auld y Pickle**



Fuente: *practical methodology and applications*. p.10.

3.1.2.3.9. **Aparato de extracción de Soxhlet**

Consiste en la acción de separar con un líquido una fracción específica de una muestra, dejando el resto lo más íntegro posible.

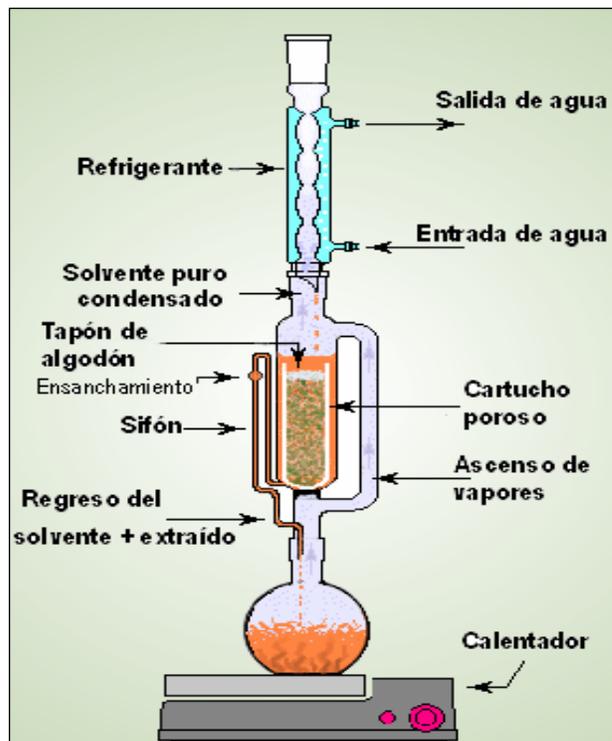
Se pueden realizar desde los tres estados de la materia, y se llaman de la siguiente manera:

- Extracción sólido – líquido

- extracción líquido – líquido
- extracción gas – líquido

La primera es la más utilizada y es sobre la que trata esta investigación de la extracción del equipo soxhlet. Lo que hace este tipo de extractor es realizar un sinfín de extracciones de manera automática, con el mismo solvente que se evapora y condensa llegando siempre de manera pura al material.

Figura 29. **Extracción con soxhlet al momento que se produce el sifonamiento**



Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

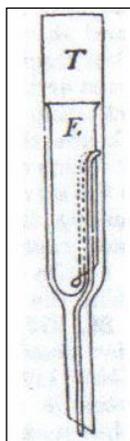
La extracción Soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas:

- 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.

3.1.2.3.10. Aparato de extracción de Clausnizer y Wollny

El aparato de extracción se define así, E es un tubo preparado en la parte inferior a un sifón que se funde. No se apoya en el exterior del tubo T, que está equipado en la parte superior con un condensador de reflujo y en la parte inferior con un frasco para recoger la solución. El solvente es hervido y el aumento de vapor a través de T mantiene el material caliente en E, pero la temperatura no alcanza el punto de ebullición, ya fría; gotas de líquido del condensador caen con el fin de extraer al punto de ebullición.

Figura 30. **Aparato de extracción de Clausnizer y Wollny**



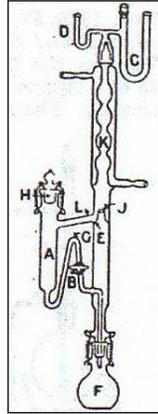
Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.2.3.11. **Aparato de extracción de Jerwitz**

Al utilizar este receptor matraz, F, se adjunta a la parte inferior del condensador y se mantiene en su lugar. Un cartucho del material se coloca en el vaso de extracción A, el éter se vierte en el hasta el nivel E, luego el vaso se cierra por medio de un tapón H. La junta B entonces se abre y el éter es sifoneado a F, el vapor se eleva a través de K, donde es enfriado por agua que circula por el condensador.

El éter condensado es conducido a través de L a A, donde se acumula y es sifoneado intermitentemente a través de G. Cuando la extracción se haya completado, B se cierra y el éter se colecta en A. F puede ser retirado y el éter sifoneado en otro vaso. En la parte superior del aparato un tubo de cloruro de calcio C, impide el acceso de humedad para el éter, y el pequeño tubo D, que contiene mercurio actúa como una válvula de seguridad.

Figura 31. **Aparato de extracción de Jerwitz**



Fuente: *practical methodology and applications*. p. 10.

3.1.3. **Monitoreo del proceso**

Durante el proceso de extracción se tomarán alícuotas, las cuáles servirán para determinar las propiedades que se enumeran a continuación.

3.1.3.1. **Densidad**

Por medio del cambio en la densidad de la solución puede observarse el avance de la extracción, puesto que conforme transcurra el tiempo, la solución deber volverse cada vez más densa debido a la presencia de más soluto extraíble.

3.1.3.2. **Pérdida de peso del sólido**

El sólido perderá peso debido al proceso de extracción de solutos a partir del mismo. Por ello, puede pesarse el sólido al inicio y al final del proceso

completo para determinar la cantidad extraída de solutos por medio de diferencia.

3.1.3.3. Índice de refracción

Es la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y la velocidad de la luz en la sustancia o el medio transparente. Este número, mayor que la unidad y sin unidades, es una constante característica de cada medio y representa el número de veces que es mayor la velocidad de la luz en el vacío que en ese medio. Se puede medir 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.

3.1.3.4. Sólidos extractables

Pueden determinarse los sólidos extractables a lo largo del proceso, por medio de la toma de pequeñas muestras de la solución y colocándolas en un horno adecuado para permitir la evaporación del líquido y así calcular la cantidad de sólidos presentes.

3.2. Delimitación del Campo de Estudio

Mediante referencias comerciales de sistemas de producción agrícola del melón en Guatemala se realizará la adquisición de fruto de melón a través de las plantas procesadoras de melón para exportación que operan en Guatemala, se encuentran ubicadas en el municipio de Asunción Mita, del departamento de Jutiapa, la cabecera municipal está aproximadamente a 470 m sobre el nivel del

mar, geográficamente el municipio se encuentra ubicado a una latitud norte 14° 19' 58", y longitud oeste 89° 42' 34".

También se adquieren semillas en los mercados que se ubican en distintos puntos de la ciudad capital, la cantidad de semillas que se necesitan para la extracción es de 650 gramos, cada melón tiene aproximadamente 6 gramos de semilla.

Tal estudio se realizará única y exclusivamente para los casos anteriormente descritos y excluye cualquier otro caso como por ejemplo semillas provenientes de otro lugar del interior de la república u otro país.

El tipo de investigación que se realizará en este estudio es de tipo descriptivo, pues ya se cuenta con cierta información, es decir otras investigaciones de tipo exploratorio, dentro de la cuales se hallan medidas ciertas variables y en esta investigación se agregarán y estudiarán otras con otro enfoque (desde otro punto de vista), con que pretenderá describir y resolver el problema planteado en esta de investigación.

Toda la investigación que se realizará dentro de la competencias que corresponden a la ingeniería química.

3.3. Recursos Humanos Disponibles

- Investigador: Br. Carlos Andrés Polanco Vásquez.
- Asesor: Ing. Qco. César Alfonso García Guerra.
- Asesor: Ing. Qco. Paulo Adolfo Vendrell Cabrera.

3.4. Recursos Materiales Disponibles

Para el desarrollo de la investigación se contó con los insumos e instalaciones adecuadas al tipo de procedimiento extractivo, a continuación se muestran los detalles.

3.4.1. Localización

La parte experimental del trabajo de graduación se realizará en las siguientes instalaciones:

- Laboratorio de Análisis Físicoquímico -LAFIQ- de la Sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.
- Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales –LIEXVE- del Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.
- Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

3.4.2. Equipo

A continuación se detallan los diferentes equipos utilizados para desarrollar la investigación.

3.4.2.1. Rotavapor

No. Fabricación: 414191030002

Voltaje: 120 V

Frecuencia: 50/60 Hz.

Potencia: 120 W

Figura 32. **Rota-vapor**



Fuente: elaboración propia (LIEXVE).

3.4.2.2. Refrigerador

Marca: Daewoo

Modelo: FR-147RV

Voltaje: 115 – 120 V

Frecuencia: 60 Hz.

Amperaje: 1.1 A

Figura 33. **Refrigerador**



Fuente: elaboración propia (Laboratorio de Química, CII).

3.4.2.3. Horno

Marca: Cole Parmer

Modelo: 05015-54

Voltaje: 120 V

Frecuencia: 50/60 Hz.

Figura 34. Horno



Fuente: elaboración propia (Laboratorio de Química, CII).

3.4.2.4. Plancha de calentamiento de agitación

Marca: CORNING

Modelo: PC-620

Voltaje: 120-100 V

Frecuencia: 60 Hz.

Potencia: 1113 W

Revoluciones: 0-1100 rpm

Figura 35. **Plancha**



Fuente: elaboración propia (Laboratorio de Química, CII).

3.4.2.5. Bomba de vacío

Marca: Gast

Modelo: O523-VAFG588DX

Voltaje: 100-115 V

Frecuencia: 50 Hz.

Potencia: ¼ Hp

Figura 36. **Bomba de vacío**



Fuente: elaboración propia (Laboratorio de Química, CII).

3.4.2.6. Balanza

Marca: Adventure

Modelo: G1231202040133

Voltaje: 8.00-14.5 V

Max. Capacidad: 150 g

Lectura mínima: 0.001 g

Figura 37. **Balanza analítica**



Fuente: elaboración propia (Laboratorio de Química, CII).

3.4.2.7. Refractómetro

Marca: Fisher Scientific

Modelo: 334620

Voltaje: 120 V

Frecuencia: 60 Hz.

Figura 38. **Refractómetro**



Fuente: elaboración propia (LIEXVE).

3.4.2.8. Molino de cuchillas

Marca: Zenith

Voltaje: 120 V

Frecuencia: 60 Hz

3.4.3. Cristalería

- Beackers

- Balones
- Probeta graduada
- Perlas de ebullición
- Condensadores
- Soxhlet
- Picnómetro
- Pipetas

3.4.4. Reactivos

A continuación se detallan los diferentes reactivos utilizados durante el proceso de extracción.

3.4.4.1. Acetato de Etilo

- Fórmula: $C_4H_8O_2$
- Grado reactivo
- Peso molecular: 88.1 g/mol
- Densidad: 0.894 g/mL
- Punto de ebullición: 77 °C
- Punto de fusión: -83 °C
- Constante dieléctrica: 6
- Índice de refracción: 1.3719

3.4.4.2. Hexano

- Formula: C_6H_{14}
- Grado reactivo

- Peso molecular: 86.3 g/mol
- Densidad: 0.659 g/mL
- Punto de ebullición: 69 °C
- Punto de fusión: -95 °C
- Constante dieléctrica: 1.89
- Índice de refracción: 1.382

3.4.5. Equipo de Laboratorio

- Plancha de calentamiento
- Bomba de vacío
- Balanza
- Refrigeradora
- Horno
- Refractómetro

3.4.6. Otros Instrumentos

- Equipo para tamizar
- Cuchillos
- Tablas
- Coladores
- Platos

3.5. Técnicas Cuantitativas

Las técnicas cuantitativas nos brindan información luego que se ha establecido la identidad de la fracción lipídica.

3.5.1. Análisis de la fracción Lipídica

El análisis químico de los extractos de plantas es muy importante en el control de la calidad. Después que la identidad del material inicial ha sido establecida, la investigación cuantitativa y cualitativa puede empezarse. Este análisis debe envolver preferiblemente alguna clase de método cromatográfico. La calidad del extracto de la planta puede ser dada como una huella digital en el cromatograma (aceites esenciales crudos) en el caso de que los componentes principales no sean conocidos o demasiados complejos.

3.5.1.1. Cromatografía en fase gaseosa

La cromatografía en fase gaseosa es una técnica que permite la separación de sustancias volatilizables. La separación tiene como base la distribución diferencial de las sustancias entre una fase estacionaria, sólida o líquida, y una fase móvil (gaseosa).

La muestra es introducida en una columna que contiene la fase estacionaria, a través del sistema de inyección. Temperaturas apropiadas en el sitio de la inyección y en la columna, posibilitan la volatilización de los componentes de la muestra los cuales, de acuerdo con sus propiedades y las de la fase estacionaria, son retenidos por tiempos variables y llegan al final de la columna en tiempos diferentes. Un detector adecuado, a la salida de la columna, permite la detección y la cuantificación de las sustancias (10).

La cromatografía en fase gaseosa es una técnica de análisis que ofrece resoluciones excelentes, con sensibilidad del orden de miligramos a picogramos. 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.

La salida de las sustancias de la columna es registrada bajo la forma de picos que deben ser simétricos y sin superposición. La asimetría y la sobreposición indican una separación defectuosa. Los picos asimétricos pueden indicar fallas en la inyección, un exceso de la muestra, o pérdida de la eficiencia de la fase estacionaria.

La eficiencia del proceso se mide en términos de platos teóricos (un plato teórico equivale a una etapa del equilibrio de la sustancia entre las fases). La mayor eficiencia se traduce en la obtención de picos estrechos.

3.5.1.2. Cromatografía líquida de alta resolución

La cromatografía líquida de alta resolución (*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 (*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 (10).

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 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.

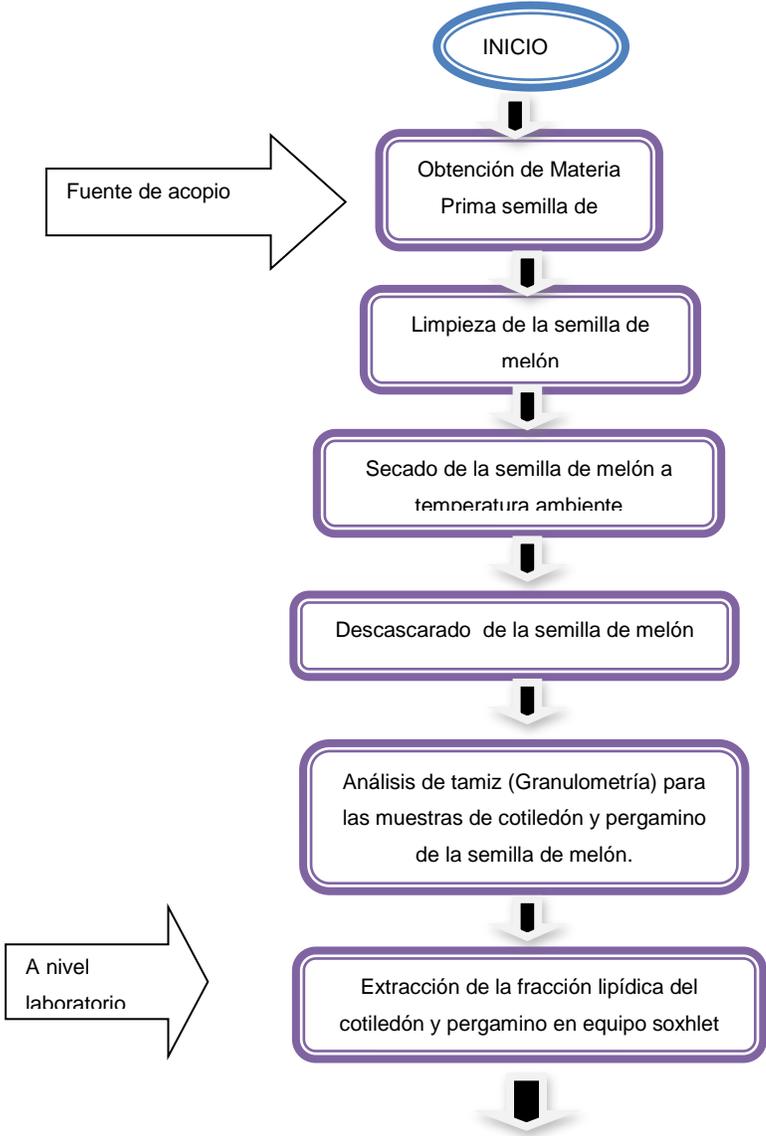
En el ejemplo, utilizando un gradiente agua/acetonitrilo los compuestos más hidrofílicos eluirán a mayor concentración de agua, mientras que los compuestos más hidrofóbicos eluirán a concentraciones elevadas de acetonitrilo.

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.

1.1. Recolección y Ordenamiento de la Información

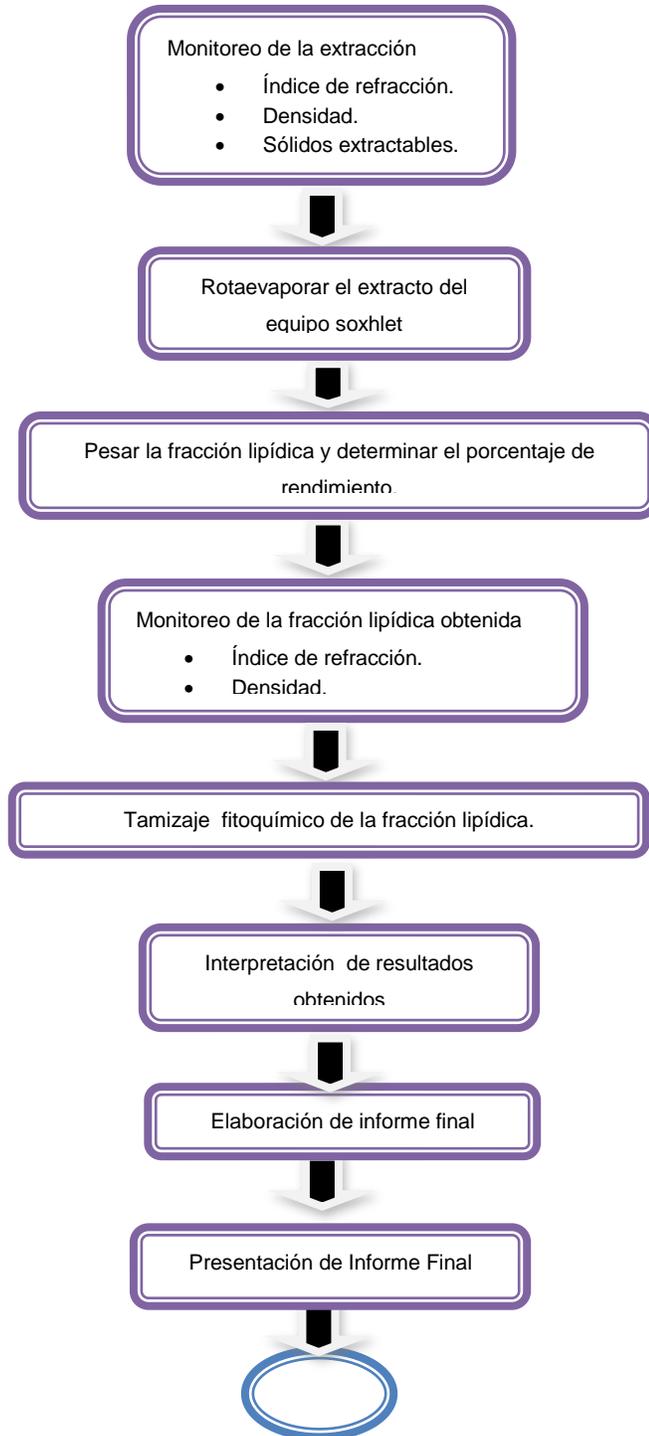
Se muestra el desarrollo de la investigación en la siguiente figura (6):

Figura 39. **Proceso de investigación: Desarrollo (parte 1)**



Fuente: elaboración propia.

Figura 40. **Proceso de investigación: Desarrollo (parte 2)**



Fuente: elaboración propia.

3.5.2. Recolección de Datos

Esta se realizará a través de tests (pruebas o ensayos), que pretendan medir las variables que se establecen para esta investigación.

3.6. Tabulación, Ordenamiento y Procesamiento de la Información

Después de que se haya realizado el muestreo, comienza la recolección de datos, para lo cual se procede a realizar esta etapa (7).

3.6.1. Tabulación y Ordenamiento

Respecto a tabulación, la recolección de datos realizará una codificación en función del sistema decimal (1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 0). De esta manera se realizará para las corridas o réplicas de las variables que se pretenden medir. En efecto, para codificar los diseños de mezclas (combinación de materiales) también se trabajará de esta manera. La información estará agrupada en tablas agrupada por variables y dentro de las tablas aparecerán ítems relacionados con las variables que se medirán, en todos los casos se han de registrar los factores perturbadores como observación en los reportes de los ensayos.

Respecto a ordenamiento, se da a conocer las formas diferentes de consignar los datos obtenidos en tablas, haciendo referencia a la forma o técnica de recolección de datos, en este caso fue a través de tests (pruebas o ensayos). De tal forma, que se puede construir una tabla para cada uno de los tests, lo relevante es que la información quede registrada de manera clara y confiable una vez concluida su tabulación, ordenamiento y procesamiento. Estratégicamente los datos estarán ordenados en forma de tablas de análisis de

varianza (ANOVA), para que al momento de procesar los datos se haga de una forma rápida y práctica.

3.6.1.1. Diseño de tratamientos

Para poder realizar una evaluación estadística, se utilizará un diseño completamente al azar con un arreglo combinatorio, en el cual se aplicará un experimento factorial sobre la especie de estudio evaluando y utilizando la técnica de extracción Soxhlet con dos solventes no polares (acetato de etilo y hexano). Se realizarán 5 extracciones con cada solvente para el cotiledón y el pergamino, resultando 20 unidades experimentales. El tamaño de partículas se definió entre 850 y 1 180 micrones (partículas que pasen el tamiz núm. 16 y sean retenidas en el tamiz núm. 20).

La cantidad de solvente y sólido a utilizar durante la extracción Soxhlet quedó función de la relación sólido/solvente 1:5 (w/v), con un tiempo de obtención por determinar. Durante este tiempo a cada ciclo se realizarán mediciones de índice de refracción, densidad y la fracción extractable.

Transcurrido el tiempo de obtención se procederá a rotar evaporar para separar la fracción lipídica extractable por medio de destilación, luego se procede a pesar para determinar el rendimiento de obtención.

3.6.1.2. Diseño experimental

Se realizará un análisis de varianza en una sola dirección, debido a que solo se analizará dos factores o tratamientos con cinco corridas cada uno, para tener un arreglo matricial de 20 observaciones.

Tabla VI. **Datos requeridos para un experimento utilizando como muestras el cotiledón, y el pergamino de la semilla de melón en una dirección con 2 tratamientos y ‘n’ repeticiones**

Extracción tipo Soxhlet										
	Acetato de Etilo					Hexano				
	R1	R2	R3	R4	R5	R1	R2	R3	R4	R5
Cotiledón	CAE1	CAE2	CAE3	CAE4	CAE5	CH1	CH2	CH3	CH4	CH5
Pergamino	PAE1	PAE2	PAE3	PAE4	PAE5	PH1	PH2	PH3	PH4	PH5

Fuente: elaboración propia.

3.6.2. Procesamiento

Se procesarán los datos, tal forma que se presentarán en tablas de ANOVA, a modo de facilitar el análisis estadístico y la elaboración de gráficas. Tales gráficas se realizarán con las variables que se estarán manipulando y las que se pretende calcular (los mensurados).

Se utilizarán medidas estadísticas como medias aritméticas, desviaciones estándar, grados de libertad, valores de la distribución f, probabilidades, límites de confianza, y otras, a fin de que conformen técnicas estadísticas como las pruebas de hipótesis. Tales pruebas de hipótesis a su vez conforman análisis estadísticos de asociación o relación como el análisis de varianza (ANOVA), ya que se hará inferencia (que se deduce algo de) estadística sobre la población

(campo de estudio: escoria mata de níquel de planta C. G. N.), debido a que se empleará la información muestral.

Se diseñarán tablas de un factor similares a la anterior para procesar información para todos tratamientos respectivos.

Lo anterior se realizó con el objeto de determinar estadísticos concernientes al análisis de varianza para diseños experimentales de un factor.

Luego que se haya procesado la información en tablas de ANOVA de un factor, se procederá a combinar esa misma información para que se obtenga un diseño final experimental de dos factores.

3.7. Análisis Estadístico

Para el análisis estadístico y control de calidad de los datos se utilizará el análisis de varianza (ANOVA), en el cual se estandarizará a un 95 % de confiabilidad en los cálculos del mismo análisis, en efecto esto quiere decir que se utilizará en los cálculos un 5 % de significancia (8).

Para obtener este análisis de varianza se utilizarán diseños de uno y de dos factores para las variables involucradas.

En la siguiente figura se muestra cómo será empleado el formato para presentar los resultados del análisis de varianza:

Tabla VII. **Tabla de ANOVA para diseño experimental de un factor**

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrados medios	f calculada
Tratamientos	SSA	K-1	$S_1^2 = SSA/k-1$	S_1^2/S^2
Error	SSE	K (n-1)	$S^2 = \frac{SSE}{K (n-1)}$	
Total	SST	nk-1		

Fuente: elaboración propia.

3.8. Plan de Análisis de los Resultados

En este apartado se describe como se realizará el análisis detallado de los de la información después de que se haya tabulado, ordenado y procesado la misma (7).

3.8.1. Métodos y Modelos de Datos Según Tipo de Variables

De acuerdo a los objetivos propuestos y con base al tipo de variables, a continuación observamos la identificación de las variables y la verificación de la investigación.

3.8.1.1. Identificación de Variables

La identificación de variables se hace a partir de la información que se obtiene después que haya sido tabulada, ordenada y procesada, de tal forma que se analiza cada resultado con criterios establecidos en el marco teórico.

Después de hacer las gráficas a partir de las curvas que se obtendrán al momento de haber tabulado, ordenado y procesado la información se realizarán comparaciones entre estas curvas y gráficas, en términos prácticos se realizará un análisis gráfico, de todas los ensayos (pruebas) que se obtienen al combinar los datos anteriormente descritos, en este análisis también se discutirá el porqué de los valores y comportamientos obtenidos, y se les dará una interpretación.

3.8.1.2. Verificación de Preguntas de Investigación

Estas se pretenden resolver con la información que se consigue después que haya sido tabulada, ordenada y procesada. Tales preguntas que se quieren resolver son:

- ¿Cuál de los dos solventes no polares utilizados en el proceso de lixiviación mostrará un mejor rendimiento para realizar la extracción de la fracción lipídica de la semilla de melón *Cantaloup (Cucumis melo L.)*?
- ¿Utilizando dos solventes no polares para el proceso extractivo por medio de la técnica Soxhlet es posible un rendimiento aceptable de la fracción lipídica?

3.8.1.3. Verificación de los Objetivos

Después que toda la información haya sido tabulada, ordenada y procesada, habrá que verificar el cumplimiento de los objetivos. Si estos no se cumplen en su totalidad se deberá replantear el diseño de investigación y cambiar el enfoque de esta a partir de la nueva información que se obtiene luego de que se haya tabulado, ordenado y procesado, a manera de que se cumplan todos los objetivos.

3.8.1.4. Verificación de Hipótesis

Después de que se haya dado la etapa de tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información, se lleva a cabo o se implementa la interpretación de la hipótesis de investigación para poder concluir a partir de esta, y se hacen las interpretaciones de las hipótesis estadísticas a partir de las pruebas de hipótesis implícitas en los diseños experimentales que se usarán en esta investigación, para los cuales se realiza un análisis de varianza (ANOVA de uno y de dos factores) donde se establecen hipótesis estadísticas y pruebas de hipótesis, a partir de estas se pueden elaborar más conclusiones.

3.8.2. Programas a Utilizar para Análisis de Datos

Las aplicaciones que se utilizarán para el análisis de datos son los siguientes: Excel, Cell Sheet, Statistics with List Editor, R, Máxima, FreeMat & Sage. En cualquiera de estos programas también se puede hacer análisis gráfico.

4. RESULTADOS

Tabla VIII. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0,6669	0,6740	0,6689	0,6653	0,6617	0,6629	0,6612	0,6607
2	0,6677	0,6775	0,6658	0,6629	0,6629	0,6629	0,6629	0,6600
3	0,6648	0,6761	0,6697	0,6627	0,6612	0,6627	0,6600	0,6600
4	0,6638	0,6794	0,6755	0,6668	0,6668	0,6638	0,6648	0,6629
5	0,6673	0,6748	0,6717	0,6666	0,6623	0,6617	0,6602	0,6602

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	0,0090	0,0290	0,0090	0,0060	0,0030	0,0005	0,0005	0,0000
2	0,0140	0,0380	0,0060	0,0040	0,0015	0,0000	0,0000	0,0000
3	0,0070	0,0340	0,0120	0,0030	0,0015	0,0035	0,0015	0,0005
4	0,0050	0,0500	0,0270	0,0110	0,0015	0,0025	0,0015	0,0005
5	0,0110	0,0300	0,0170	0,0080	0,0025	0,0015	0,0000	0,0000

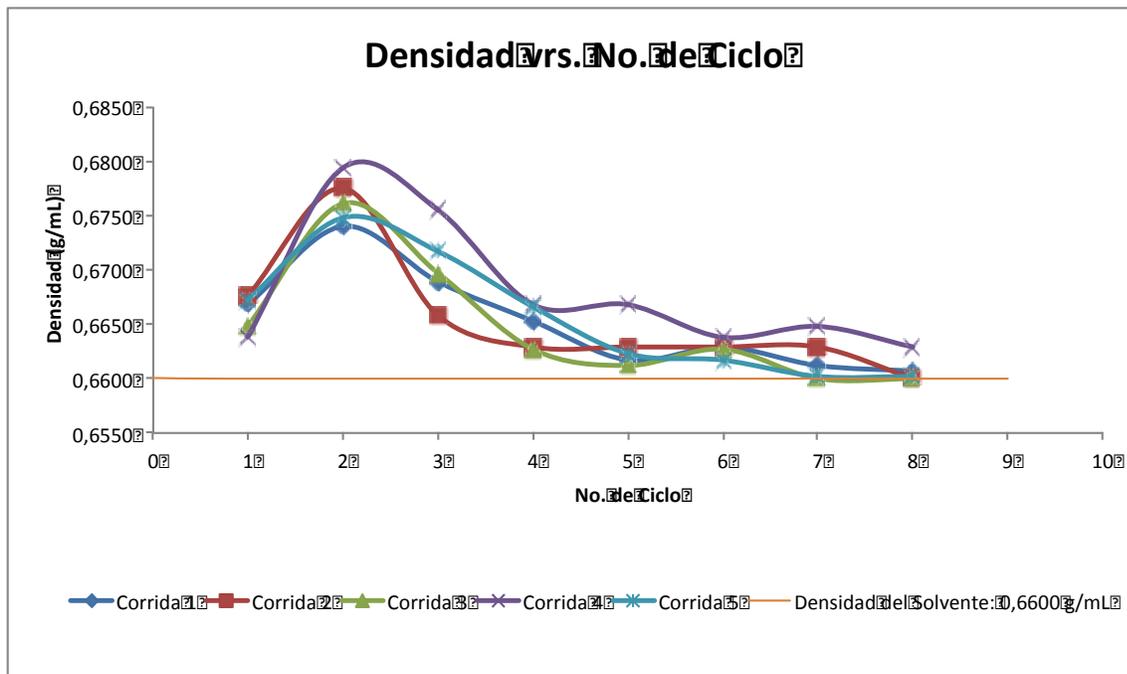
Fuente: elaboración propia.

Tabla X. **Monitoreo del índice de refracción a 25°C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo							
	1	2	3	4	5	6	7	8
1	1,3800	1,3835	1,3825	1,3810	1,3805	1,3800	1,3800	1,3800
2	1,3810	1,3840	1,3835	1,3815	1,3810	1,3805	1,3805	1,3800
3	1,3810	1,3835	1,3830	1,3815	1,3815	1,3810	1,3800	1,3805
4	1,3805	1,3845	1,3840	1,3820	1,3810	1,3810	1,3805	1,3800
5	1,3805	1,3830	1,3820	1,3815	1,3810	1,3805	1,3805	1,3800

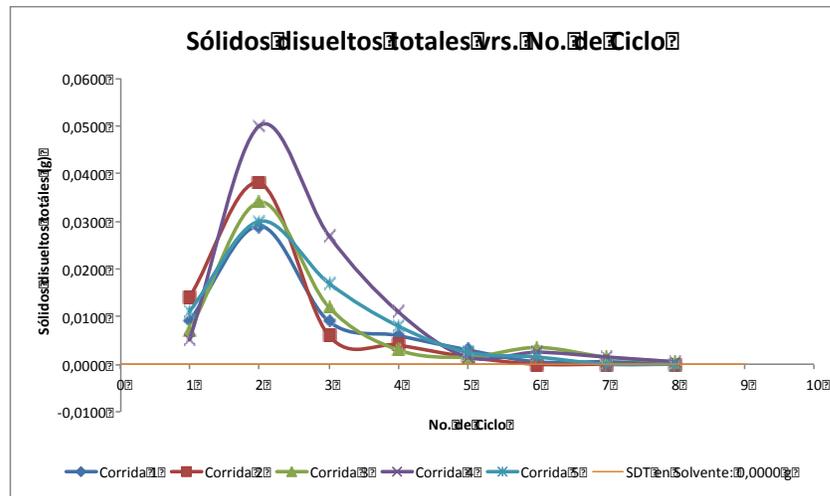
Fuente: elaboración propia.

Figura 41. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**



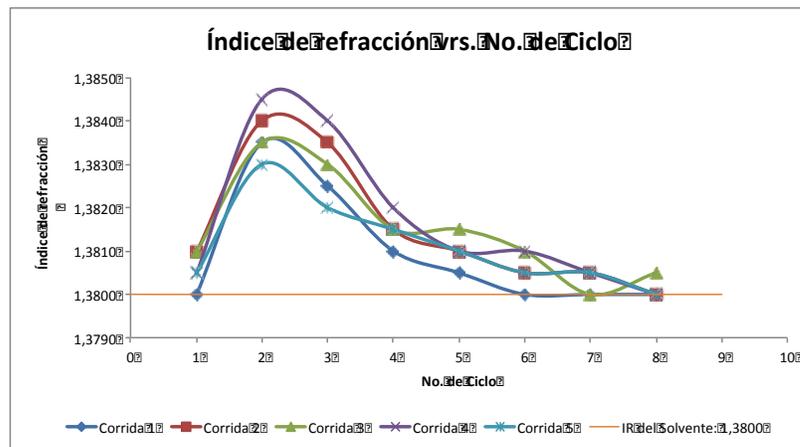
Fuente: elaboración propia.

Figura 42. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**



Fuente: elaboración propia.

Figura 43. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para cotiledón**



Fuente: elaboración propia.

Tabla XI. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo						
	1	2	3	4	5	6	7
1	0,9079	0,9140	0,9097	0,9066	0,9035	0,9045	0,9030
2	0,9086	0,9171	0,9070	0,9045	0,9045	0,9045	0,9045
3	0,9061	0,9158	0,9103	0,9043	0,9030	0,9043	0,9020
4	0,9053	0,9187	0,9153	0,9078	0,9078	0,9053	0,9061
5	0,9083	0,9147	0,9121	0,9077	0,9040	0,9035	0,9022

Fuente: elaboración propia.

Tabla XII. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo						
	1	2	3	4	5	6	7
1	0,0077	0,0249	0,0077	0,0052	0,0026	0,0004	0,0004
2	0,0120	0,0327	0,0052	0,0034	0,0013	0,0000	0,0000
3	0,0060	0,0292	0,0103	0,0026	0,0013	0,0030	0,0013
4	0,0043	0,0430	0,0232	0,0095	0,0013	0,0022	0,0013
5	0,0095	0,0258	0,0146	0,0069	0,0022	0,0013	0,0000

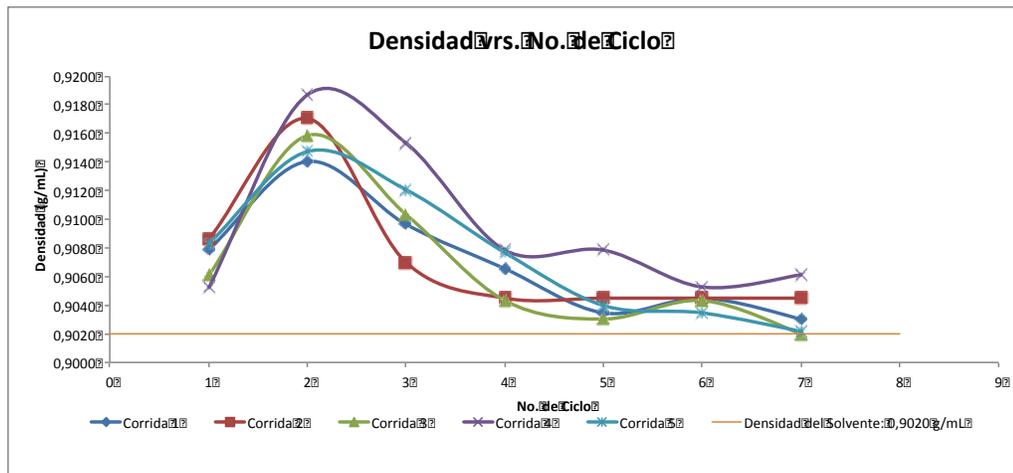
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**

Corrida	Núm. De ciclo						
	1	2	3	4	5	6	7
1	1,3719	1,3749	1,3741	1,3728	1,3723	1,3719	1,3719
2	1,3728	1,3753	1,3749	1,3732	1,3728	1,3723	1,3723
3	1,3728	1,3749	1,3745	1,3732	1,3732	1,3728	1,3719
4	1,3723	1,3758	1,3753	1,3736	1,3728	1,3728	1,3723
5	1,3723	1,3745	1,3736	1,3732	1,3728	1,3723	1,3723

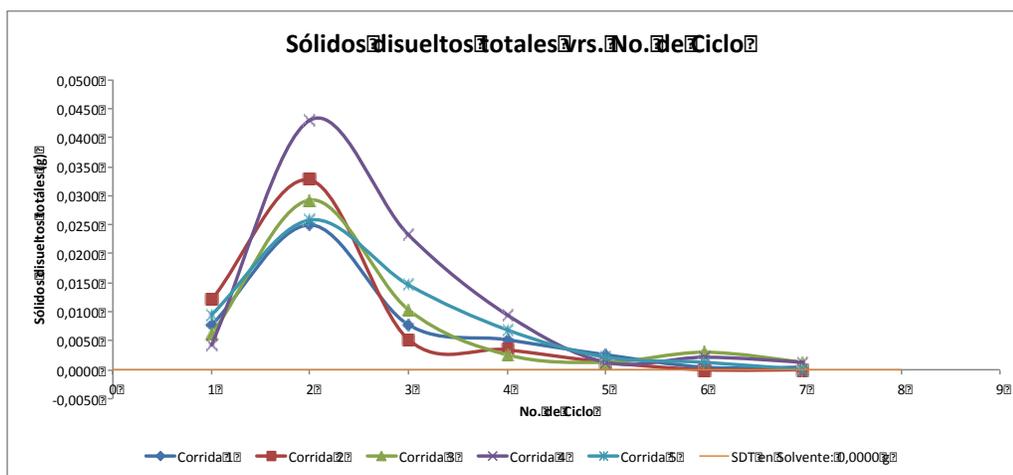
Fuente: elaboración propia.

Figura 44. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**



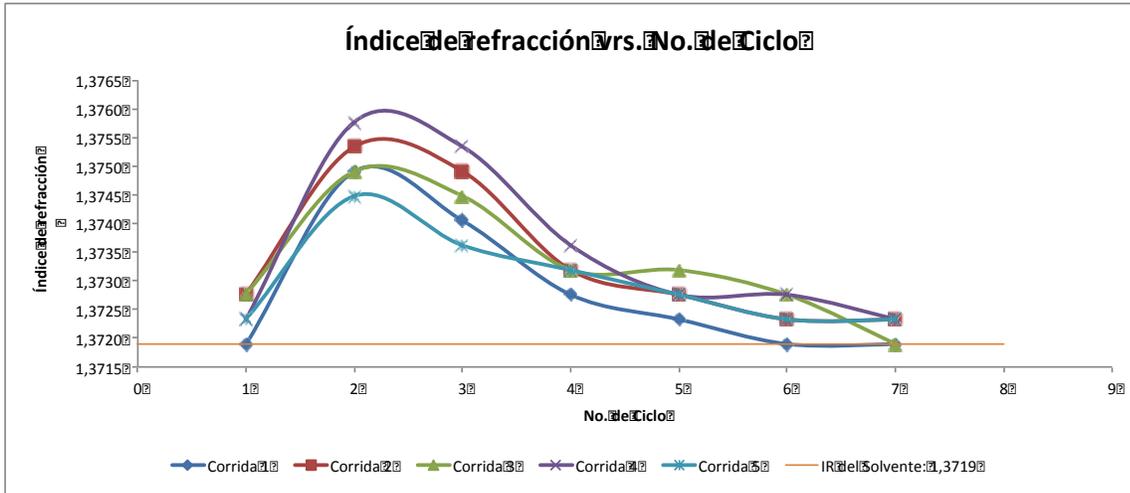
Fuente: elaboración propia.

Figura 45. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**



Fuente: elaboración propia.

Figura 46. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para cotiledón**



Fuente: elaboración propia.

Tabla XIV. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	0,6610	0,6621	0,6613	0,6608	0,6603
2	0,6612	0,6626	0,6609	0,6604	0,6604
3	0,6607	0,6624	0,6615	0,6604	0,6602
4	0,6606	0,6629	0,6623	0,6610	0,6610
5	0,6611	0,6622	0,6618	0,6610	0,6603

Fuente: elaboración propia.

Tabla XV. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	0,0014	0,0044	0,0014	0,0009	0,0005
2	0,0021	0,0057	0,0009	0,0006	0,0002
3	0,0011	0,0051	0,0018	0,0005	0,0002
4	0,0008	0,0075	0,0041	0,0017	0,0002
5	0,0017	0,0045	0,0026	0,0012	0,0004

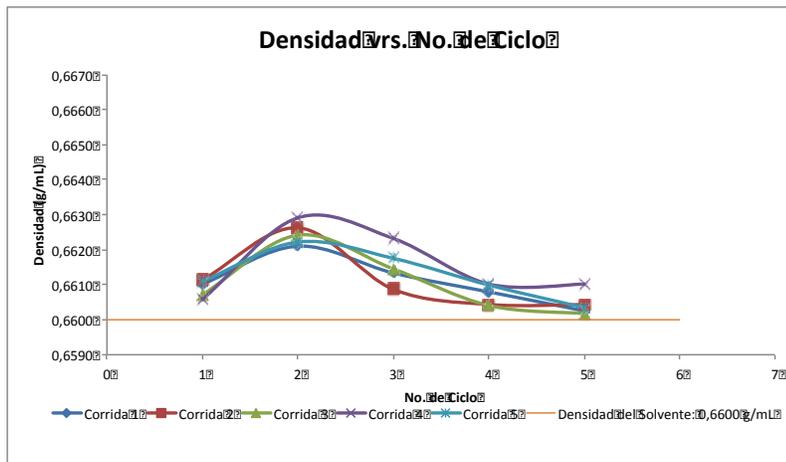
Fuente: elaboración propia.

Tabla XVI. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	1,3800	1,3805	1,3804	1,3802	1,3801
2	1,3802	1,3806	1,3805	1,3802	1,3802
3	1,3802	1,3805	1,3805	1,3802	1,3802
4	1,3801	1,3807	1,3806	1,3803	1,3802
5	1,3801	1,3805	1,3803	1,3802	1,3802

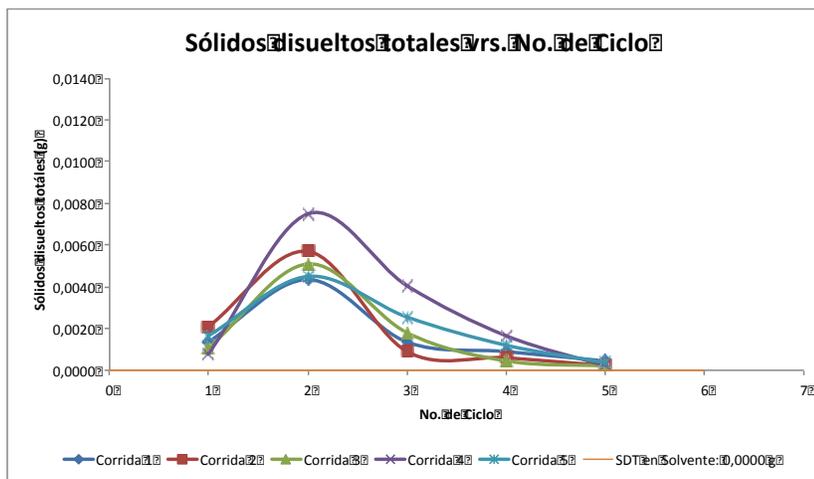
Fuente: elaboración propia.

Figura 47. **Monitoreo de la densidad a 25 °C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**



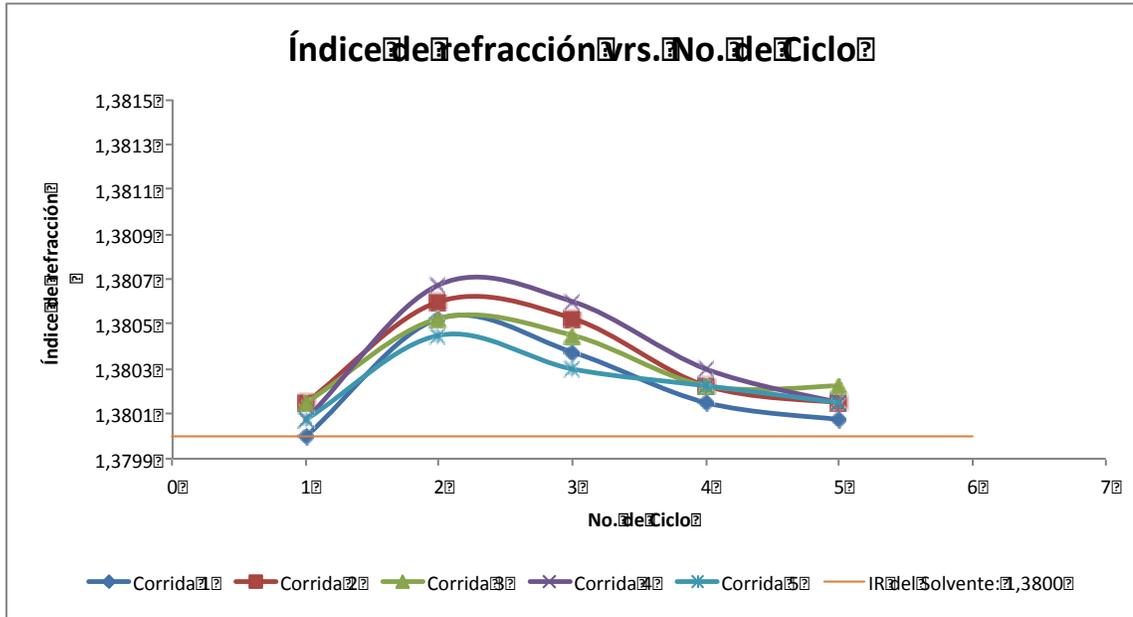
Fuente: elaboración propia.

Figura 48. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**



Fuente: elaboración propia.

Figura 49. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando hexano para pergamino**



Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Monitoreo de la densidad a 25°C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	0,9028	0,9035	0,9030	0,9026	0,9022
2	0,9028	0,9039	0,9026	0,9023	0,9023
3	0,9025	0,9038	0,9031	0,9023	0,9021
4	0,9024	0,9041	0,9037	0,9027	0,9027
5	0,9028	0,9036	0,9033	0,9027	0,9023

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25 °C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	0,0010	0,0032	0,0010	0,0007	0,0003
2	0,0015	0,0042	0,0007	0,0004	0,0002
3	0,0008	0,0037	0,0013	0,0003	0,0002
4	0,0006	0,0055	0,0030	0,0012	0,0002
5	0,0012	0,0033	0,0019	0,0009	0,0003

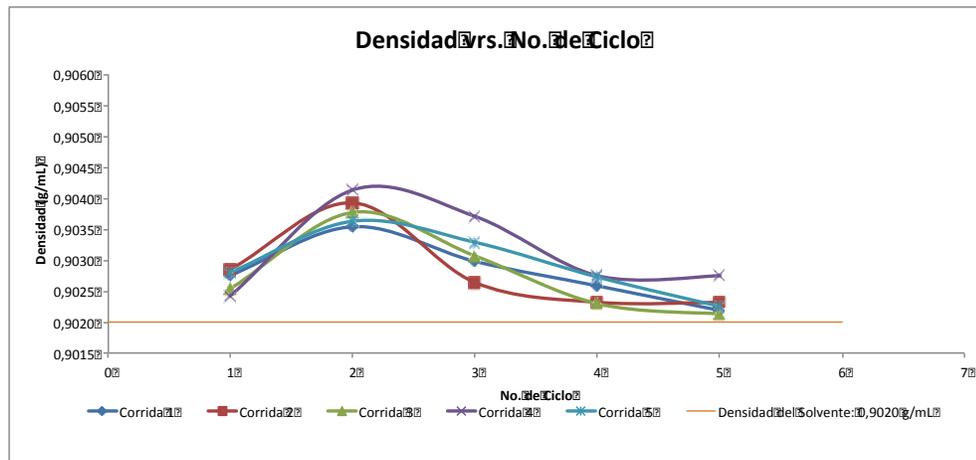
Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Monitoreo del índice de refracción a 25 °C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**

Corrida	Núm. De ciclo				
	1	2	3	4	5
1	1,3719	1,3723	1,3722	1,3720	1,3720
2	1,3720	1,3723	1,3723	1,3721	1,3720
3	1,3720	1,3723	1,3722	1,3721	1,3721
4	1,3720	1,3724	1,3723	1,3721	1,3720
5	1,3720	1,3722	1,3721	1,3721	1,3720

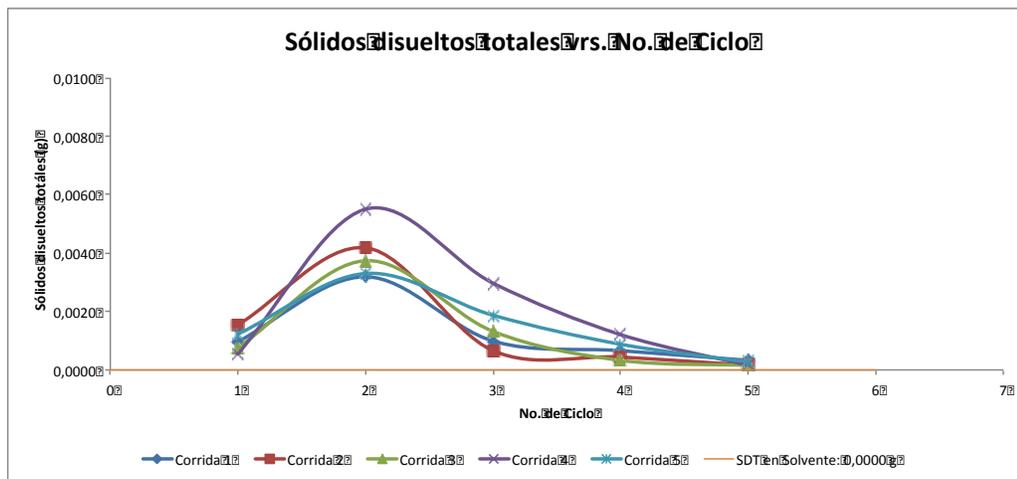
Fuente: elaboración propia.

Figura 50. **Monitoreo de la densidad a 25°C (g/mL) en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**



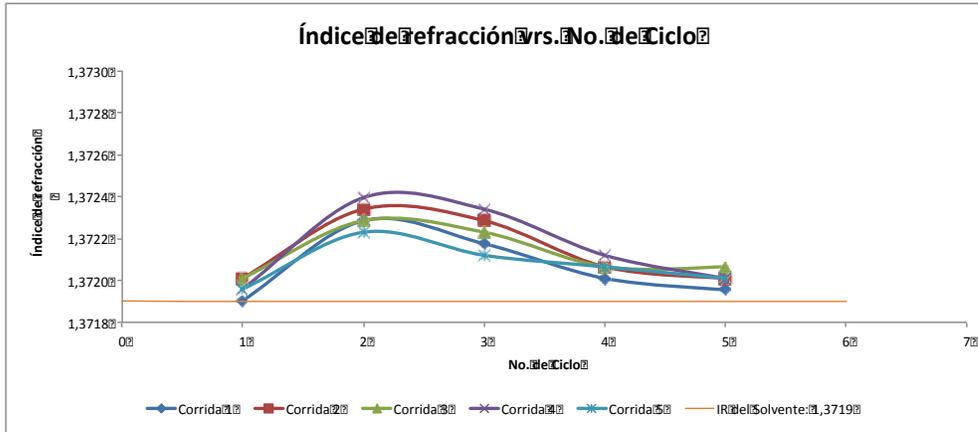
Fuente: elaboración propia.

Figura 51. **Monitoreo de los sólidos disueltos totales a 25°C para 18 g de muestra en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**



Fuente: elaboración propia.

Figura 52. **Monitoreo del índice de refracción a 25°C en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo para pergamino**



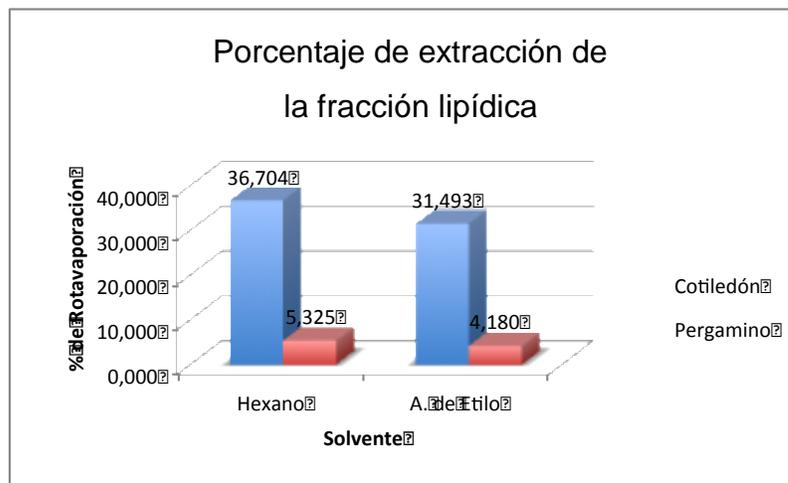
Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. **Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo* L.) mediante rotaevaporación a 25 °C (datos promedio)**

Item	Hexano	A. de Etilo	Promedio general
Cotiledón	36,704	31,493	34,099
1	35,942	31,843	33,893
2	37,500	32,506	35,003
3	37,579	31,819	34,699
4	36,329	30,790	33,559
5	36,171	30,506	33,339
Pergamino	5,325	4,180	4,752
1	4,990	4,263	4,627
2	5,554	4,364	4,959
3	5,131	4,150	4,640
4	5,956	3,997	4,976
5	4,993	4,126	4,559
Promedio general	21,015	17,836	19,425

Fuente: elaboración propia.

Figura 53. **Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*) mediante rotaevaporación a 25 °C (datos promedio)**



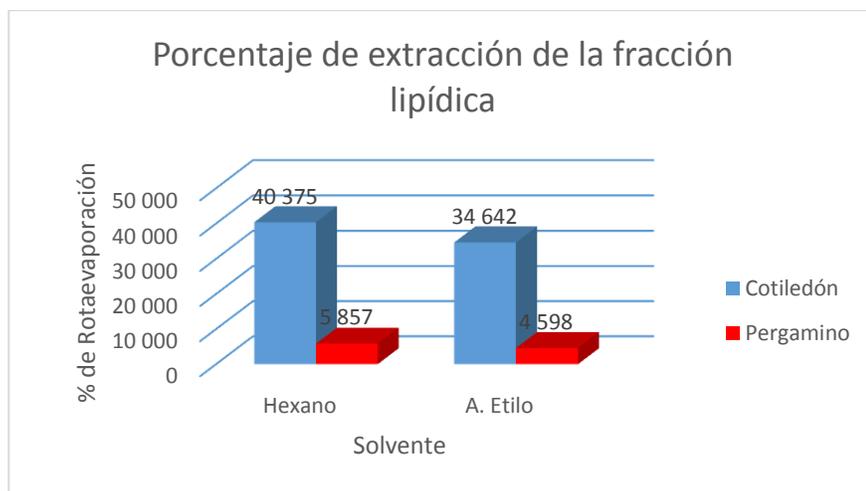
Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*) a 25 °C (datos promedio)**

Ítem	Hexano	A. de Etilo	Promedio general
Cotiledón	40,375	34,642	37,508
1	39,537	35,027	37,282
2	41,250	35,756	38,503
3	41,337	35,001	38,169
4	39,962	33,869	36,915
5	39,788	33,557	36,673
Pergamino	5,857	4,598	5,228
1	5,489	4,689	5,089
2	6,110	4,800	5,455
3	5,644	4,564	5,104
4	6,551	4,397	5,474
5	5,492	4,538	5,015
Promedio general	23,116	19,620	21,368

Fuente: elaboración propia.

Figura 54. **Porcentaje de extracción de la fracción lipídica en función de la sección de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*) a 25 °C (datos promedio)**



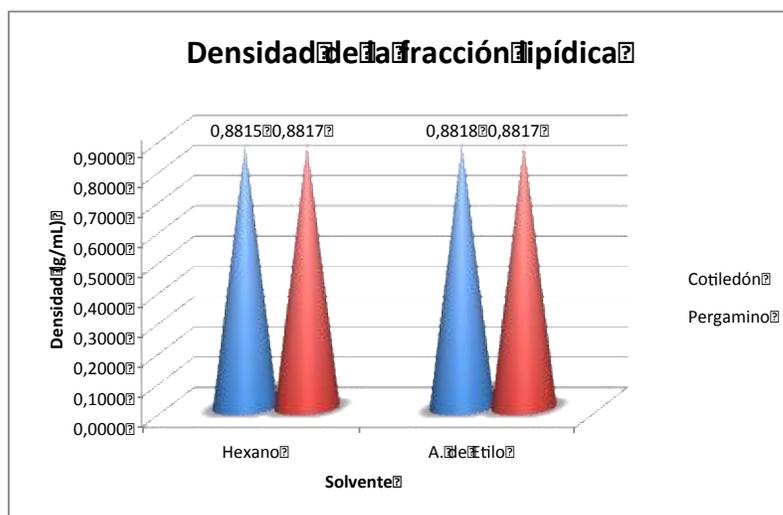
Fuente: elaboración propia.

Tabla XXII. **Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C (datos promedio)**

Ítem	Hexano	A. de Etilo	Promedio general
Cotiledón	0,8815	0,8818	0,8816
1	0,8811	0,8820	0,8816
2	0,8814	0,8814	0,8814
3	0,8823	0,8815	0,8819
4	0,8812	0,8821	0,8817
5	0,8813	0,8817	0,8815
Pergamino	0,8817	0,8817	0,8817
1	0,8818	0,8819	0,8818
2	0,8813	0,8812	0,8813
3	0,8816	0,8819	0,8818
4	0,8824	0,8815	0,8819
5	0,8812	0,8820	0,8816
Promedio general	0,8816	0,8817	0,8816

Fuente: elaboración propia.

Figura 55. Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C (datos promedio)



Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. Contenido de aceites volátiles por medio de cromatografía en capa fina

Estándar	No. De Bandas	Coloración en luz UV 365 nm	Coloración en luz visible	Rf
1,8 Cineol	2	Azul, anaranjado	Café	0,97 0,82
Timol	1	Violeta	Café	0,82
Carvacrol	1	Violeta	Grisáceo	0,82
Muestras				
AE	5	Amarillo, amarillo - anaranjado	Café	0,28 0,36 0,56 0,74 0,89
H	5	Amarillo, amarillo - anaranjado	Café	0,28 0,36 0,51 0,74 0,88

Fuente: Tamizaje fitoquímico.

Tabla XXIV. **Contenido de saponinas por medio de cromatografía de capa fina**

Estándares	Núm. De Bandas	Coloración	Rf
Saponinas al 0,1%	1	Amarillo	0,98
Saponinas al 0,5%	1	Amarillo	0,98
Muestras			
AE	1	Amarillo	0,94
H	1	Amarillo	0,91
AE en metanol	1	Amarillo	0,93
H en metanol	1	Amarillo	0,9

Fuente: Tamizaje fitoquímico.

Tabla XXV. **Determinación de triterpenoides y terpenos por medio de la prueba de coloración en terpenos**

Prueba	Muestra	Especificación	Cambio
Libermann Burchard	AE H	Positivo Positivo	Inmediato: anillo rosado Reposo: coloración púrpura
Ácido Tricloroacético	AE H	Positivo Negativo	A 60°C coloración naranja. A 60°C coloración verde grisáceo
Carr-Price	AE H	Negativo Negativo	Coloración Naranja. Coloración Roja.

Fuente: Tamizaje fitoquímico.

Tabla XXVI. **ANOVA: Porcentaje de fracción lipídica en función de la sección de la semilla (Rota-evaporación a 25 °C)**

<i>Origen de la Variación</i>	<i>SS</i>	<i>d.f.</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>nivel p</i>	<i>F crit</i>
<i>Factor #1 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta)</i>	4,31E+03	1	4,31E+03	208,32	4,40E-02	161,45
<i>Factor #2 (Factor</i>						
<i>Solvente)</i>	5,05E+01	1	5,05E+01	2,44	3,62E-01	161,45
<i>Factor #1 + #2 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta x Factor</i>					2,93E-	
<i>Solvente)</i>	2,07E+01	1	2,07E+01	55,91	308	4,49
<i>Dentro de Grupos</i>	5,92E+00	16	3,70E-01			
<i>Total</i>	4,38E+03	19	2,31E+02			
<i>Omega cuadrado para efecto</i>						
<i>combinado</i>	9,98E-01					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVII. **ANOVA: Porcentaje de extracción a 25°C**

<i>Origen de la Variación</i>	<i>SS</i>	<i>d.f.</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>nivel p</i>	<i>F crit</i>
<i>Factor #1 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta)</i>	5,21E+03	1	5,21E+03	208,32	4,40E-02	161,45
<i>Factor #2 (Factor</i>						
<i>Solvente)</i>	6,11E+01	1	6,11E+01	2,44	3,62E-01	161,45
<i>Factor #1 + #2 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta x Factor</i>						
<i>Solvente)</i>	2,50E+01	1	2,50E+01	55,91	2,93E-308	4,49
<i>Dentro de Grupos</i>	7,16E+00	16	4,47E-01			
<i>Total</i>	5,30E+03	19	2,79E+02			
<i>Omega cuadrado para efecto combinado</i>	9,98E-01					

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXVIII. **ANOVA: Densidad de la fracción lipídica (g/mL) a 25°C**

<i>Origen de la Variación</i>	<i>SS</i>	<i>d.f.</i>	<i>MS</i>	<i>F</i>	<i>nivel p</i>	<i>F crit</i>
<i>Factor #1 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta)</i>	2,48E-08	1	2,48E-08	0,25	7,05E-01	161,45
<i>Factor #2 (Factor</i>						
<i>Solvente)</i>	1,35E-07	1	1,35E-07	1,36	4,51E-01	161,45
<i>Factor #1 + #2 (Factor</i>						
<i>Parte de la</i>						
<i>Planta x Factor</i>					2,93E-	
<i>Solvente)</i>	9,94E-08	1	9,94E-08	0,60	308	4,49
<i>Dentro de Grupos</i>	2,64E-06	16	1,65E-07			
<i>Total</i>	2,90E-06	19	1,53E-07			
<i>Omega cuadrado para efecto</i>						
<i>combinado</i>	0,00E+00					

Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS

A nivel laboratorio, utilizando solventes no polares (hexano y acetato de etilo) se obtuvo la fracción lipídica extractable de la semilla de melón *Cantaloup* (*Cucumis melo L.*), a través de la técnica Soxhlet, teniendo su peso en gramos en cada extracción y en cada corrida, para lo que se establecieron rendimientos que a su vez describen en que partes de la planta sometidas a prueba, se encuentra lo óptimo.

Los ciclos necesarios y los ciclos de mayor rendimiento se obtuvieron a partir del monitoreo del procedimiento de extracción, para los sistemas cotiledón-hexano, cotiledón-acetato de etilo, pergamino-hexano, pergamino-acetato de etilo. Para el primer sistema se obtiene que son necesarios 8 ciclos, para el segundo sistema se obtiene que son necesarios 7 ciclos, para el tercer sistema se obtiene que son necesarios 5 ciclos, y para el último sistema se obtiene que son necesarios 5 ciclos también, y esto se determina en la forma de que si se sigue extrayendo, se obtienen cantidades mínimas de sólidos disueltos totales comparadas con la cantidad de sólidos disueltos totales óptima obtenidas para todos los sistemas en el segundo ciclo.

Además, durante el proceso de extracción Soxhlet, en su primer ciclo, se observa en las gráficas, que no se logra penetrar completamente en la superficie del sólido, conforme avanza al segundo ciclo se da impulso mayor extractivo y conforme van avanzando los ciclos posteriores al segundo, va disminuyendo el impulso extractivo por el agotamiento que se va dando; en ambos solventes hay similitud de comportamiento debido a que uno de los

solventes es alcano y el otro un acetato de alquilo, y su constante dieléctrica tiene mucha similitud.

Por ende, se logró definir las propiedades fisicoquímicas como índice de refracción, sólidos disueltos totales y la densidad en función de cada solvente utilizado, a partir del monitoreo del procedimiento de extracción, para los mismos sistemas anteriormente descritos, evaluando las propiedades fisicoquímicas anteriormente descritas contra los ciclos de extracción.

Obteniendo así que a partir de la densidad y del índice de refracción (del solvente combinada con los sólidos disueltos totales) también se puede establecer que el máximo para estas propiedades fisicoquímicas se obtiene en el segundo ciclo para todos los sistemas, y se determina también en la forma de que si se sigue extrayendo, se obtienen diferencias mínimas entre estas propiedades fisicoquímicas del solvente combinada con los sólidos disueltos totales, comparadas con las propiedades fisicoquímicas del disolvente puro.

Analizando a grandes rasgos el monitoreo de las propiedades fisicoquímicas y enfatizando en los sólidos disueltos totales, se puede predecir que el máximo rendimiento se encuentra en el sistema hexano-cotiledón y que a su vez existe diferencia mínima en rendimiento comparada con el sistema cotiledón-acetato de etilo. No siendo el caso así en los otros sistemas que incluyen pergamino, que se aprecia que en estos se encuentra el mínimo rendimiento, haciendo grande la diferencia entre los primeros sistemas anteriormente descritos.

Luego, en función de cada solvente utilizado se analizó gráficamente el porcentaje de obtención en la fracción extractable (porcentaje de extracción), y la densidad de la fracción lipídica, como experimento de dos vías, usando como

primer factor la parte de la planta en dos niveles (cotiledón y pergamino) y como segundo factor el disolvente usado en dos tratamientos (hexano y acetato de etilo).

En el análisis gráfico anteriormente descrito se puede apreciar que en los cotiledones existe la mayor cantidad de fracción lipídica y se obtienen los mayores porcentajes de rotaevaporación y de extracción; y entre disolventes no existe gran diferencia.

También en el análisis gráfico anteriormente descrito se puede apreciar que en los pergaminos existe la menor cantidad de fracción lipídica obteniéndose los menores porcentajes de rotaevaporación y de extracción; y que entre disolventes no existe gran diferencia. Además a su vez se aprecia que en el sistema cotiledón-hexano tiene los máximos porcentajes de rotavaporación y de extracción de la fracción lipídica.

Y por último el análisis gráfico permite ver que la densidad de la fracción lipídica es semejante en todos los factores y en todos los niveles.

A partir del análisis de varianza (ANOVA) con una confiabilidad del 95%, del diseño experimental de dos vías anteriormente descrito se pueden comprobar las hipótesis, para lo que se tiene el porcentaje de rotavaporación, la fracción extractable, y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla de melón tipo Cantaloup (*Cucumis melo L.*), extraída por la técnica Soxhlet no es afectada significativamente por el tipo de solvente utilizado (hexano y acetato de etilo).

También se tiene para el porcentaje de extracción (mediante rotaevaporación) de la fracción lipídica, y la fracción extractable obtenida de la

semilla de melón tipo Cantaloup (*Cucumis melo L.*) y extraída por la técnica Soxhlet si es afectada significativamente por la parte de la planta usada en la extracción (cotiledón y pergamino).

En contraste la densidad de la fracción lipídica obtenida de la semilla de melón tipo Cantaloup (*Cucumis melo L.*) extraída por la técnica Soxhlet no es afectada significativamente por la parte de la planta usada en la extracción (cotiledón y pergamino).

En concordancia con los resultados obtenidos a partir del tamizaje fitoquímico realizado mediante cromatografía en capa fina, se aprecia que los extractos de semilla de melón si presentan aceites esenciales, debido a que luego de ser tratada la cromatoplaça con el revelador de Anisaldehido-Ácido Sulfúrico presentaron bandas de color café a luz visible.

Adicionalmente la cromatografía en capa fina revela que los extractos de semilla de melón si presentan saponinas, debido que luego de ser tratada la cromatoplaça con el revelador de Anisaldehido-Ácido Sulfúrico presentaron bandas de color amarillento a luz visible.

En las reacciones de coloración en tubo para la detección de compuestos triterpenoides y terpenos se observa que en la prueba de Lieberman Burchard se detectaron saponinas triperpenoideales observando la coloración rosada al inicio y luego de un tiempo en reposo se tornó una coloración violeta.

En la prueba de Ácido tricloroacético, se observó un cambio de coloración amarillenta al inicio del calentamiento al llegar a 60°C la muestra AE (extracción con acetato de etilo) tornó a naranja el cual se considera la

presencia de triterpeno tetracíclicos y esteroides, y la muestra H (extracción con hexano) torno a una coloración verde-grisácea la cual no presenta dichos metabolitos.

En la prueba de Carr-Price se observó cambio de coloración rojo-naranja por lo que ninguna de las dos muestras revelan la presencia de compuestos derivados del colestano con dieno o trieno potencial en anillos A y B, debido a que la coloración azul fue negativa.

CONCLUSIONES

1. Se logró la extracción mediante la técnica Soxhlet para la obtención la fracción lipídica extractable de la semilla del melón Cantaloup (*Cucumis melo L.*), en función de dos tipos de solventes no polares y se determinó que el hexano es el solvente con el que se obtiene el mejor rendimiento de la fracción lipídica.
2. En función del análisis gráfico se determinó que el comportamiento de las propiedades fisicoquímicas como índice de refracción, sólidos disueltos totales y la densidad no se ven afectadas significativamente por el tipo de solvente utilizado.
3. Se determinó que para el porcentaje de rotaevaporación, la fracción extractable y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*), no se ve afectada significativamente por el tipo de solvente utilizado.
4. Se identificaron aceites volátiles, saponinas, triterpenoides y terpenos mediante tamizaje fitoquímico en la fracción lipídica extraída de la semilla de melón variedad Cantaloup (*Cucumis melo L.*).

RECOMENDACIONES

1. Se deberá establecer en futuras investigaciones aplicaciones de la fracción lipídica extraída a partir de la semilla del melón Cantaloup (*Cucumis melo L.*).
2. Se deberá realizar un estudio de factibilidad económica para determinar en qué forma ha de realizarse la extracción de la fracción lipídica, a manera de que sea rentable.
3. Se deberá realizar otra evaluación, a manera de probar cómo reaccionan otros solventes como medio de extracción.
4. Para mejorar el rendimiento en rotavaporación y extracción, deberá utilizarse semillas lo más frescas posibles.
5. También para mejorar el rendimiento en rotavaporación y extracción, se pueden unir las muestras de sólido (pergamino y cotiledón) y se colocan a macerar utilizando el residuo del solvente recuperado en la rotaevaporación.
6. Para reducir costos, se puede evaluar la alternativa de moler juntos el pergamino y el cotiledón para que sean utilizados en conjunto, al momento de hacer la extracción, y no por separado.

7. Después de la extracción, se puede realizar una maceración estática de residuo del cotiledón y del pergamino, para determinar si se logra incrementar el rendimiento extractivo.

BIBLIOGRAFÍA

1. ASTM. *Standard Specification for Wire Cloth and Sieves for Testing Purposes*. ASTM E 11-01. Estados Unidos: ASTM International, 2001. 258 p.
2. BASMADIIAN, Diran. *Mass Transfer: Principles and applications*. Reino Unido: McGrawHill, 2008. 147 p.
3. BIDLINGMEYER, B. A. *Practical methodology and applications*. New York: John Wiley and Sons, Inc, 1992. 35 p.
4. CÁCERES, Armando. *Plantas de uso medicinal en Guatemala*. Guatemala: Universitaria, 2009. 250 p.
5. DE LEON HERNÁNDEZ, Edgar Gamaliel. *Evaluación del redimiento de aceite esencial de laurel (*litsea guatemalensis*) en función de la altitud sobre nivel del mar a la cual creció la planta y el tamaño de partícula a destilar por el método de destilación por arraste con vapor de agua*. Trabajo de graduación de Ing. Químico. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería, 2001. 130 p.
6. GEANKOPLIS, Christie. *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. 5ta ed. México: Compañía Editorial Continental, S. A. 1991. 675 p.
7. GODÍNEZ MORALES, Romy Carlota. *Evaluación del rendimiento de extracción de la fracción lipídica en la semilla del melón variedad*

honeydew (cucumis melo l.) mediante técnica de extracción soxhlet y la caracterización fisicoquímica y fitoquímica. Trabajo de graduación de Inga. Química. Guatemala. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 140 p.

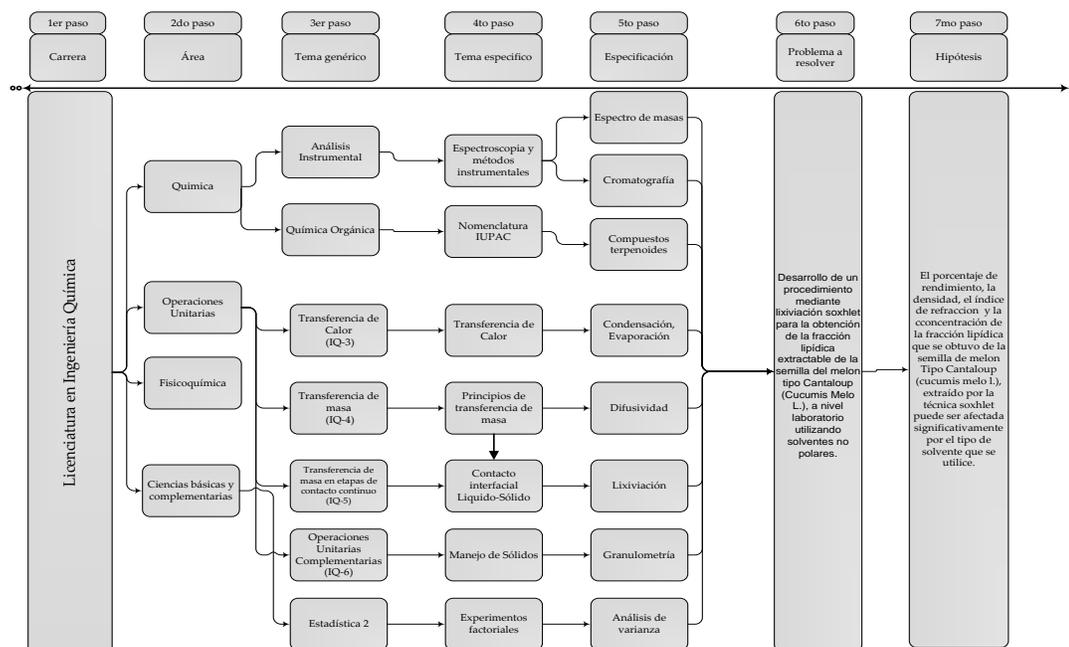
8. GUERRERO GUTIÉRREZ, Edward Mario. *Lixiviación parametrizada y caracterización fisicoquímica a nivel laboratorio del extracto colorante de la corteza del quebranco (lysiloma auritum (schltd) benth) proveniente de jocotán, Chiquimula.* Trabajo de graduación de Inga. Química. Guatemala. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería, 2008. 157 p.
9. HEATH, Henry B.; REINECCIUS, Gary. *Flavor chemistry and technology.* Reino Unido: Avi Publishing Company, Inc, 1995. 249 p.
10. MACARULLA, José M.; GOÑI, Felix M. *Biomoléculas.* España: Reverté, S. A., 1978. 150 p.
11. MÉNDEZ ÁLVAREZ, Carlos Eduardo. *Proceso de investigación: desarrollo". en: Méndez, Carlos. Metodología: Diseño y desarrollo del proceso de investigación.* 3ra ed. Colombia: McGraw-Hill Interamericana, 2001. 229 p.
12. MONTENEGRO FRANCO, Claudia Beatriz. *Estudio experimental de la operación unitaria de separación sólido-líquido a nivel laboratorio, mediante la evaluación de diversos parámetros de interacción influyentes y de respuesta.* Trabajo de graduación de Inga. Química. Guatemala. Universidad de San Carlos de Guatemala. Facultad de Ingeniería. 148 p.

13. PERRY, Robert H. *Manual del ingeniero químico*. 7a ed. España: McGraw Hill, 2001. 126 p.
14. REYES, Menphis. *Aplicación del diseño experimental en el desarrollo de las prácticas internas, en el área de operaciones unitarias*. Trabajo de graduación de Ing. Químico. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2009. 161 p.
15. SEGARRA FORADADA, Judit. *Envejecimiento de presas por reacciones expansivas al hormigón*. Trabajo de graduación de Inga. Civil Universidad Politécnica de Cataluña, Barcelona, departamento de ingeniería de la construcción, Cataluña, España, 2007. 257 p.
16. SHARAPIN, Nikolai. *Fundamentos de tecnología y productos fitoterapéuticos*. Colombia, 2000. 230 p.
17. SOMENATH, MITRA. *Sample preparation techniques in analytical chemistry*. Londres: McGraw-Hill, 1999. 148 p.
18. THORPE, Jocelyn. *Dictionary of applied chemistry*. 5a ed. Estados Unidos: Pearson Education, 2000. 147 p.
19. TREYBAL, Robert E. *Operaciones de transferencia de masa*. 2da ed. México: Editorial Pearson Education, 1999. 550 p.
20. WALPOLE, R., MYERS, R.; MYERS, S. *Probabilidad y estadística para ingenieros*. Cruz, Ricardo (Traducción); Torre Marina, Juan Antonio (Revisión Técnica). 6ta ed. México: Prentice-Hall Hispanoamericana

S. A., 1999. 752 p. ISBN: 970-17-0264-6. p. 461-470, 514-519, 527-538, 552-553.

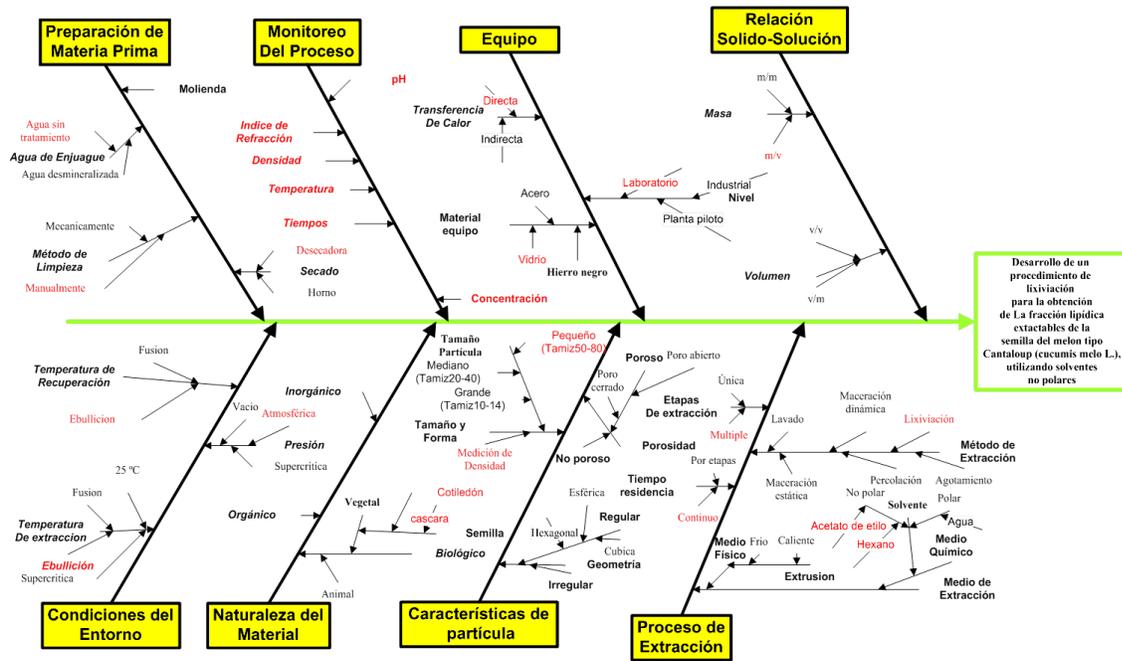
APÉNDICES

Apéndice 1. Tabla de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. Diagrama de ishikawa



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Tamizaje fitoquímico

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE CC. QQ.
Y FARMACIA
EDIFICIO T-12
Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica



Laboratorio de Investigación de
Productos Naturales (LIPRONAT)

Análisis: Tamizaje Fotoquímico
Solicitante: Carlos Polanco
Fecha: 12 de Abril de 2011.

No.: L-20110402

2. **Técnicas empleadas:**
Cromatografía en capa fina
Reacciones de Coloración

2. Resultados:

2.1 Tamizaje fitoquímico:

Se analizaron mediante cromatografía en capa fina y pruebas de coloración 2 extractos de semilla de melón para identificar los metabolitos secundarios presentes en la materia prima, para ellos se utilizó la metodología *descrita* por LOCK Y WAGNER.

Tabla No.1: Prueba en cromatografía en capa fina para la detección de Aceites Volátiles.

Fase Móvil: Tolueno-Acetato de etilo

Revelador: Anisaldehído-Ácido sulfúrico

Especificación: Zonas azules, verdes, rojas y cafés en visible.

Rf: Factor de retención, es la medida de la migración de una sustancia determinada en un disolvente dado. Rf: distancia recorrida por la sustancia / distancia recorrida por el disolvente.

Estándar	No. De Bandas	Coloración en luz UV 365 nm.	Coloración en luz visible	Rf
1,8 Cineol	2	Azul,	Café	0.97
		anaranjado Amarillo		0.82
Timol	1	Violeta	Café	0.82
Carvacrol	1	Violeta	Grisáceo	0.82
Muestras				
AE	5	Amarillo, amarillo, amarillo - anaranjado.	Café	0.28
				0.36
				0.56
				0.74
H	5	Amarillo, amarillo, amarillo - anaranjado.	Café	0.89
				0.28
				0.36
				0.51
				0.74
				0.88

Fuente: LIPRONAT.

Apéndice 4. Tamizaje fitoquímico (continuación)

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE CC. QQ.
Y FARMACIA
EDIFICIO T-12
Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

Tabla No.2: Prueba en cromatografía en capa fina para la detección de Saponinas.

Fase Móvil: Cloroformo-Metanol-Agua

Revelador: Anisaldehído-Ácido Sulfúrico

Especificación: Zonas azules, violetas, amarillentas.

Rf: Factor de retención, es la medida de la migración de una sustancia determinada en un disolvente dado. Rf: distancia recorrida por la sustancia / distancia recorrida por el disolvente.

Estándares	No. De Bandas	Coloración	Rf
Saponinas al 0.1%	1	Amarillo	0.98
Saponinas al 0.5 %	1	Amarillo	0.98
Muestras			
AE	1	Amarillo	0.94
H	1	Amarillo	0.91
AE en metanol	1	Amarillo	0.93
H en metanol	1	Amarillo	0.9

Tabla No.3: Pruebas de coloración en tubos para la detección de triterpenoides y terpenos.

Especificación: Liebermann Burchard; al agregar ácido acético y anhídrido acético-ácido sulfúrico; las saponinas triterpenoidales dan **color rosado o púrpura**.

Ácido tricloroacético: **color naranja, rojo, rojo oscuro**, triterpenos tetracíclicos y esteroides desarrollan color a 60°C, triterpenos pentacíclicos a 110°C.

Carr-Price: al agregar tricloruro de antimonio al 30% en cloroformo; se observa **coloración azul**, posibles derivados del colestano con dieno o trieno potencial en anillo A y B.

Fuente: LIPRONAT.

Apéndice 5. Tamizaje fitoquímico (continuación)

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE CC. QQ.
Y FARMACIA
EDIFICIO T-12
Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica

Prueba	Muestra	Especificación	Cambio
Liebermann Burchard	AE H	Positivo Positivo	Inmediato: anillo rosado Reposo: coloración purpura
Acido Tricloroacético	AE H	Positivo Negativo	A 60°C coloración naranja. A 60°C coloración verde grisáceo
Carr-Price	AE H	Negativo Negativo	Coloración Naranja. Coloración Roja.

Fuente: LIPRONAT.

Apéndice 6. Tamizaje fitoquímico (continuación)

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE CC. QQ.
Y FARMACIA
EDIFICIO T-12
Ciudad Universitaria, zona 12
Guatemala, Centroamérica.

4. Bibliografía:

- WAGNER, H. et al. (1984). Plant Drug Analysis. Berlin, Springer-Verlag. 320 p.
- LOCK, O. (1994). Investigación Fitoquímica. 2da. Ed. Fondo Editorial. Perú. 300 p.

Mónica Montenegro
Auxiliar de Laboratorio

Lidia Sully Cruz
Coordinadora de LIPRONAT



Fuente: LIPRONAT.