

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

**EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DE LA SEMILLA
DEL MANGO (MANGIFERA INDICA L.)**

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por los Brs. Landaeta V., Francisco E.
Orta D., Luis D.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

Caracas, 2010

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DE LA SEMILLA DEL MANGO (MANGIFERA INDICA L.)

TUTOR ACADÉMICO: Profa. Alejandra Meza
Prof. Francisco Yáñez

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por los Brs. Landaeta V., Francisco E.
Orta D., Luis D.
Para optar al Título
de Ingeniero Químico.

Caracas, 2010

Caracas, Abril 2010

Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por los Bachilleres Francisco E. Landaeta V. y Luis D. Orta D., titulado:

**“EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DE LA SEMILLA
DEL MANGO (MANGIFERA INDICA L.)”**

Consideran que el mismo cumple con los requisitos exigidos por el plan de estudios conducente al Título de Ingeniero Químico, y sin que ello signifique que se hacen solidarios con las ideas expuestas por el autor, lo declaran APROBADO.

Prof. Armando Vizcaya
Jurado

Prof (a). Johliny Casanova
Jurado

Prof. Francisco Yanez
Tutor Académico

Prof (a). Alejandra Meza
Tutor Académico

AGRADECIMIENTOS

Francisco Landaeta

Agradezco a la ilustre Universidad Central de Venezuela por brindarme la oportunidad de instruirme como Ingeniero Químico.

Quiero agradecer a mis padres, Mayra y Henry, quienes son mis formadores como ser humano y profesional, ellos que fomentaron el sentimiento de responsabilidad, puntualidad, honestidad, moral, éxito, cooperación, paciencia, perseverancia, igualdad y justicia, esa frase famosa inculcada por ellos “pa’lante es pa’llá, pa’tras ni pa cogé impulso” marcó la motivación fundamental en tumbar barreras, alcanzar metas y establecer prioridades. Mi familia en general, fue un gran apoyo en el camino de la realización y el logro del apreciado Título de Ingeniero Químico recibido.

Agradezco de forma especial, a mi amigo y co-autor Luis Orta, ambos con una misma meta y un mismo fin, fue paciente en esos momentos en donde mi salud se vio afectada y donde las materias interfirieron con nuestra labor, es todo un profesional, innovador y organizado, el mejor compañero para el presente trabajo.

Adicionalmente agradezco a mis Tutores Francisco Yáñez y Alejandra Meza, los precursores del presente Trabajo Especial de Grado, estuvieron ahí para solventar situaciones y dudas, para aclarar nuestro camino y más aun para dialogar en temas profesionales y de innovación del proyecto. Agradezco a los profesores que fueron mi jurado, Johliny Casanova y Armando Vizcaya, quienes fueron evaluadores objetivos y orientadores en la carrera, en síntesis a los antes mencionados quienes formaron parte de mi formación como Ingeniero.

Agradezco a otros Profesores como José Luis Quintero, quien fue el motivador del estudio y el catalizador de cambio de mi persona como estudiante. A los Profesores Humberto Kum, Luis García, Andrés Rosales, Alí Lara, Pedro Aguilar, Adriana García, María Rodríguez, Mary Luz Alonso, Olgioly Domínguez, Leonardo Oropeza y Johnny Vásquez, quienes sin ningún orden en específico motivaron mi ambición en la búsqueda del conocimiento, fueron, son y serán siempre pensadores y hacedores del presente y formadores del futuro.

Finalmente, pero no menos importante agradezco a todos esos amigos que siempre han estado ahí, profesional y personalmente, apoyando de una u otra manera en diferentes ámbitos, en las buenas y en las malas, para hacer de este recorrido llamado vida de una forma divertidísima, hablando, saliendo o simplemente no haciendo nada, esos cuyos nombres son Teresita A., Mariellys R., Barbara G., Mariangel P., Jean R., Oscar G., Manuelangel V., Arnaldo G., José L., José Q., Keino G., D. Muñoz., Varelón, Donatella, Guty, A. y G., Shiny, Rolando, Daniela S., Andrés R., Leudith Figuera, Richard C., Verónica R., H. Martin, Mariana D., gracias a todos y a los que probablemente se pasaron por alto disculpen. Para todos ustedes, estaré allí hoy y siempre.

Luis Orta

A la ilustre Universidad Central de Venezuela gracias por darme la oportunidad de formarme como Ingeniero Químico.

Quiero agradecer a mis padres Belén y Luis, quienes me enseñaron el camino de la responsabilidad, la perseverancia, la honestidad y ética profesional, además de que nada en la vida se logra sin esfuerzo alguno, gracias a ustedes y su apoyo hoy soy Ingeniero Químico, a mi hermana Dialis que ha sido mi ejemplo a seguir durante toda mi vida, a Grisel Agreda quien fue una excelente compañera en mi vida sentimental, a la cual le debo en gran parte este logro ya que sin su paciencia y apoyo incondicional no lo hubiera logrado, a su familia, la señora Valle, Juanita, Cesar y Enrique por acogerme como un miembro más de los Martínez , gracias a todos mis familiares en especial a mis tías (María y Aída), a mis primos y a todos aquellos que aportaron su granito de arena en este nuevo logro en mi vida. Los quiero y los amo a todos.

Fundamentalmente agradezco a mis tutores Alejandra Meza y Francisco Yáñez por darnos la confianza y el apoyo necesitado en todo momento, además de suministrarnos sus conocimientos para la culminación de este Trabajo Especial de Grado, a todos los profesores de la Escuela de Ingeniería Química en especial a las Profesoras María Rodríguez, Mary Luz Alonso y Olgioy Domínguez, a los Profesores Humberto Kum, Johnny Vásquez y Leonardo Oropeza, por brindarnos sus conocimientos y buenos consejos durante toda la carrera. A nuestro jurado la Profesora Johliny Casanova y el Profesor Armando Vizcaya gracias.

A mi hermano y compañero de Tesis Francisco Landaeta, por tener la confianza, paciencia y los conocimientos que compartimos para realizar este Trabajo Especial de Grado, además de acompañarme en los logros obtenidos en esta última etapa de nuestra carrera.

A mis compañeros y amigos incondicionales Eduardo López, Alida Padrón, Deniter Díaz, Pedro Muñoz, Johana Blanco, José Quereguan, David Useche, Alberto Sánchez, Vanessa Rodríguez, Liana Bello, Oscar González, Joan Sánchez, Julia Torrealba, Yozika Glavan, Jonathan Godoy, Gonzalo Félix, Anye Espinoza, Verónica Russian, Kevin Sánchez, Laurent Morales, Gabriela Ramírez, Hussein Martin, Bárbara Galindo, Teresita Arias, Mariellys Ricaurte, Nadia Chacón, Leudith Figuera, Mariana Da Corte, Virginia León, Andrea Pineda, Gabriela Vargas, Silvia Márquez, Karina Guzmán, Eysin Sayago, José Moreno y Alejandro Cabello entre otros, gracias por el apoyo brindado y sus palabras de aliento en los momentos difíciles de esta linda etapa.

**Landaeta V., Francisco E.
Orta D., Luis D.**

EXTRACCIÓN DE LA PECTINA DE LA SEMILLA DEL MANGO (MANGIFERA INDICA L.)

**Tutores Académicos: Prof(a). Alejandra Meza, Prof. Francisco Yáñez.
Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.
2010, n° pág.95**

Palabras Claves: Mangos, Pectina, Rendimiento, Extracción Convencional, Extracción No Convencional, Hidratos de Carbono, Espectroscopia.

Resumen: Esta investigación se realizó en los módulos I y III de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela, la cual tiene como objetivo principal determinar el método de extracción y las condiciones de operación para la extracción de la pectina contenida en la semilla de mango. El tipo de mango seleccionado para los experimentos es del tipo jardín o de bocado, adquirido en la Ciudad de Caracas.

En la Extracción Convencional se utilizaron las técnicas tipo Soxhlet e Hidrodestilación donde se seleccionó el estado de las semillas (secas) y el mejor solvente a utilizar en las otras técnicas de extracción (metanol), reportándose rendimientos de un 25,42% p/p y 19,72% p/p respectivamente. Para la Extracción No Convencional se usaron las técnicas de Extracción Asistida por Microondas donde se realizó un barrido de potencia entre (0 y 100) % con un tiempo de operación de 23 segundos y una relación Soluta/Solvente de (1:2 y 1:5), donde se obtuvo un mayor rendimiento del extracto obtenido de 6,29% p/p, usando 100% de potencia y la relación Soluta/Solvente de 1:2, en la Extracción Asistida por Ultrasonidos se trabajó con temperaturas de 30°C y 60°C con tiempos de (10, 20 y 45) minutos y una relación Soluta/Solvente de 1:2, donde se obtuvo un mayor rendimiento de 8,26% p/p para un tiempo de 45 minutos a una temperatura de 60°C y en la Extracción con Fluido Supercrítico se trabajó con altas presiones (1100, 1300 y 1700) psig, donde el mayor rendimiento fue de 6,45% p/p a una presión de 1700 psig a temperatura ambiente. En la experiencia donde se utilizó el extracto de la semilla de mango y metanol puro como posibles inhibidores de hidratos de carbono, las pruebas se analizaron a través de la conductividad en función del tiempo a temperatura constante, donde se trabajó con agua destilada, Tetrahidrofurano puro e hidratado al 50% v/v. En la Espectroscopia de Infrarrojo, se observaron los grupos funcionales más resaltantes del extracto obtenido y solapamiento de picos, por lo cual se puede decir que solo hay presencia de pectina, más no la cantidad presente en los extractos obtenidos, ya que es una técnica de caracterización química cualitativa. Finalmente al comparar los resultados de todas las técnicas de extracción a través del rendimiento, se comprobó que la mejor técnica para la extracción de pectina de la semilla de mango es la tipo Soxhlet ya que alcanzó el mejor rendimiento de 25,42% p/p.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
ÍNDICE DE FIGURAS	viii
ÍNDICE DE TABLAS	x
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I	3
FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN	3
I.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	3
I.2. OBJETIVOS	5
I.2.1. GENERAL	5
I.2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS	5
CAPÍTULO II	6
MARCO REFERENCIAL	6
II.1. MANGO	6
II.1.1 PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS DEL MANGO	8
<i>II.1.1.1 Pectina</i>	10
II.1.2 USOS Y BENEFICIOS DEL MANGO	11
II.2 EXTRACCIÓN	12
II.2.1 TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN	13
<i>II.2.1.1 Hidrodestilación</i>	14
<i>II.2.1.2 Extracción con arrastre con vapor (soxhlet)</i>	16
<i>II.2.1.3 Extracción Asistida por Microondas (EAM)</i>	18
<i>II.2.1.4 Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU)</i>	22
<i>II.2.1.5 Extracción con Fluido Supercrítico (ESC)</i>	24
II.3. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS QUÍMICO	27
II.4. HIDRATOS	29
II.5. ANTECEDENTES	30
CAPÍTULO III	33
METODOLOGÍA	33
III.1. METODOLOGÍA GENERAL	33
III.1.1. PREPARACIÓN DE LAS SEMILLAS	33
III.1.2. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA	34
<i>III.1.2.1. Extracción Convencional</i>	35
<i>III.1.2.2. Extracción Asistida por Microondas</i>	35
<i>III.1.2.3. Extracción Asistida por Ultrasonido</i>	36

III.1.2.4. <i>Extracción con Fluido Supercrítico</i>	37
III.1.3. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS DE LOS RESULTADOS.....	38
III.1.4. FORMACIÓN DE HIDRATOS	38
III.2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	39
III.2.1. PREPARACIÓN DE LAS SEMILLAS	39
III.2.2. EXTRACCIÓN DE LA PECTINA.....	39
III.2.2.1. <i>Extracción Convencional</i>	39
III.2.2.2. <i>Extracción Asistida por Microondas</i>	44
III.2.2.3. <i>Extracción Asistida por Ultrasonido</i>	45
III.2.2.4. <i>Extracción Supercrítica con CO₂</i>	47
III.2.3. FORMACIÓN DE HIDRATOS	51
III.3. MATERIALES	52
CAPÍTULO IV	54
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	54
IV.1. EVALUACIÓN PRELIMINAR.....	54
IV.2. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA	55
IV.3. ANÁLISIS DE RENDIMIENTO.....	58
IV.4. ANÁLISIS QUÍMICO DE LAS MUESTRAS OBTENIDAS	65
IV.5. COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN.....	70
IV.6. ANÁLISIS ALTERNOS.....	70
IV.6.1. USO DE LA PECTINA COMO INHIBIDOR EN LA FORMACIÓN DE HIDRATOS	70
CAPÍTULO V	75
CONCLUSIONES	75
CAPÍTULO VI	77
RECOMENDACIONES	77
BIBLIOGRAFÍA.....	78
ANEXOS.....	84

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura N°1 Partes del Mango.....	7
Figura N°2 Frutos de Mango.....	8
Figura N°3 Árboles de Mango y sus Frutos	8
Figura N°4 Cadena del Ácido Galacturónico	10
Figura N°5 Variación de la Concentración en función del Tiempo.	13
Figura N°6 Diagrama de la Hidrodestilación a Nivel Industrial.....	15
Figura N°7 Equipo de Extracción tipo Soxhlet.....	16
Figura N°8 Espectro Electromagnético	18
Figura N°9 Equipo de Microondas	19
Figura N°10 Equipo de Ultrasonido	23
Figura N°11 Diagrama de Fases del Dióxido de Carbono	24
Figura N°12 Diagrama del equipo de Extracción con Fluido Supercrítico a nivel industrial	27
Figura N°13 Equipo de Espectroscopia de Infrarrojo de doble haz	28
Figura N°14 Esquema General del Proceso de Preparación de la Semilla de Mango.....	33
Figura N°15 Esquema General del Proceso de Extracción.....	34
Figura N° 16 Diagrama del equipo de destilación con arrastre de vapor Tipo Soxhlet	40
Figura N° 17 Diagrama del equipo de Hidrodestilación.	42
Figura N°18 Equipo Microondas marca Sharp modelo R-520L.....	44
Figura N°19 Equipo de Ultrasonido marca Elmasonic modelo D-78224.	46
Figura N° 20 Diagrama del equipo de extracción con Fluido Supercrítico.....	49
Figura N°21 Conjunto de Muestras Resultantes de la Extracción con el Equipo Tipo Soxhlet con diferentes solventes.....	57
Figura N°22 Valores de Rendimiento para cada Potencia en el Equipo de Microondas.	61
Figura N°23 Valores de Rendimiento en el Equipo de Ultrasonido variando Temperatura y Tiempo.....	62
Figura N°24 Espectro Infrarrojo del Metanol.....	66
Figura N°25 Espectro Infrarrojo de la Pectina Comercial, del extracto obtenido a través del equipo Tipo Soxhlet y de la Glucosa	67
Figura N°26 Comparación del Espectro Infrarrojo de la Pectina Comercial con la Pectina Obtenida en las Diferentes Técnicas Aplicadas.	68

Figura N°27 Conductividad en Función del Tiempo.....	71
Figura N°28 Secuencia en la Formación y Dilución de los Hidratos.	73
Figura N°29 Cristales de Agua y THF Hidratado.....	74
Figura N°30 Semillas de Mango (sin secar y secas).....	88
Figura N°31 Semillas de Mango luego de la Extracción Soxhlet.....	88
Figura N°32 Extracto de la Semilla de Mango.	89
Figura N°33 Extracción Asistida por Microondas.	89
Figura N°34 Extracción Asistida por Ultrasonido.	90
Figura N°35 Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico.	90
Figura N°36 Zona de Identificación de los Espectros de Infrarrojo.....	91
Figura N°37 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Metanol como Solvente.	91
Figura N°38 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Hidrodestilación empleando Metanol como Solvente.....	92
Figura N°39 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Etanol como Solvente.	92
Figura N°40 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Butanol como Solvente.....	93
Figura N°41 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Microondas empleando Metanol como Solvente y con una Relación Soluta/Solvente 1:2.	93
Figura N°42 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Microondas empleando Metanol como Solvente y con una Relación Soluta/Solvente 1:5.	94
Figura N°42 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Ultrasonido empleando Metanol como Solvente.	94
Figura N°43 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico.....	95
Figura N°44 Conductividad en Función del Tiempo para el THF Puro.	95

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla N°1 Propiedades Físicoquímicas del Mango	9
Tabla N°2 Propiedades de los Fluidos Supercríticos.....	25
Tabla N°3 Nombre, Principio e Información Generada de las Técnicas de Análisis.	28
Tabla N°4 Características Organolépticas de la Materia Vegetal.	54
Tabla N°5 Rendimiento del Estado de la Semilla con propanol como Solvente en el Equipo Tipo Soxhlet.	55
Tabla N°6 Caracterización Físicoquímica de los Solventes Utilizados.	56
Tabla N°7 Valores de Rendimiento de los Solventes Utilizados en el Equipo Tipo Soxhlet.	58
Tabla N°8 Valor de Rendimiento en el Equipo de Hidrodestilación.	59
Tabla N°9 Valores de Rendimiento para las relaciones soluto/solvente en el Equipo de Microondas con 100% de Potencia.	60
Tabla N°10 Valores de Rendimiento en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico a Presión de 1700 psig. con Tiempo de 2 horas empleando Metanol como Co-Solvente.....	63
Tabla N°11 Valores de Rendimiento en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico.....	63
Tabla N°12 Valores de Rendimiento en las Técnicas de Extracción Aplicadas usando Metanol..	64
Tabla N°13 Regiones de los espectros infrarrojos de los compuestos más importantes.....	65
Tabla N°14 Resultados de las pruebas con las diferentes técnicas.....	86

INTRODUCCIÓN

El Mango (*Mangifera indica* L.), es una de las frutas tropicales más importantes de América Latina y del mundo, se procesa como puré, néctar, encurtidos y conservas de rodajas, entre otros. Reconocido por su delicioso sabor y aroma exótico, el mango es una rica fuente de carotenoides y proporciona un alto contenido de vitamina A. Se trata de una rica fuente de antioxidantes, incluyendo el ácido ascórbico, así como galotaninos y derivados de la benzofenona.

Es una fruta utilizada como complemento dietético, es empleado en la cura de enfermedades bucales, estomacales, sanguíneas y respiratorias. Debido a su sabor y consistencia, se puede usar maduro o verde, para hacer bebidas, zumos, preparar algunos postres. De la semilla del mango, es extraída la manteca para ser usada en la fabricación de algunos cosméticos.

Adicionalmente, el mango es beneficioso en el proceso de limpieza de tuberías de gas natural, las cuales trabajan con altas presiones y bajas temperaturas, esto se debe a que el mango contiene pectina, un polisacárido capaz de arrastrar consigo los hidratos de carbono formados bajo estas condiciones.

Para la extracción de los componentes beneficiosos de la semilla de mango, se utilizan varias técnicas de extracción, tanto convencionales como no convencionales, entre las cuales están la Extracción por Arrastre con Vapor, Hidrodestilación, Extracción Asistida por Microondas, Extracción Asistida por Ultrasonido y Extracción con Fluido Supercrítico. Por tal motivo, en el presente Trabajo Especial de Grado se escogerá la técnica más apropiada que genere un producto de alto rendimiento y buena calidad, usando diferentes solventes orgánicos para mejorar la extracción, tomando en cuenta los factores ambientales que juegan un papel importante en cada una de las técnicas como lo son: solventes no dañinos, uso de poca energía eléctrica y tiempos de extracción rentables.

Dentro de cada una de las técnicas de extracción, se evaluaron las condiciones de operación como temperatura, presión, tiempo y relación entre el soluto y el solvente empleado, con el fin de generar las condiciones óptimas de procesamiento.

Los análisis de resultados se llevaron a cabo a través de la técnica de espectroscopia de infrarrojo, con la finalidad de conocer los grupos funcionales de los compuestos contenidos en las muestras. Finalmente, se realizaron análisis alternos para observar el efecto de la pectina contenida en la semilla de mango como disolvente en la formación de hidratos.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

I.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En investigaciones recientes, se ha descubierto que la pectina contenida en el mango (pulpa, cáscara y semilla), es capaz de inhibir la formación de hidratos de carbono, mejorando así el funcionamiento y transporte de las tuberías de hidrocarburos gaseosos.

Se sabe que los hidratos son formaciones de redes cristalinas, constituidas por átomos de carbono y átomos de hidrogeno, los cuales se forman en condiciones especiales de operación, es decir, presiones mayores a 1000 psig y temperaturas menores a 5°C. Se ha indicado que el mango contiene compuestos fenólicos que evitan que se formen estos hidratos de carbono, dichos compuestos se encuentran en mayor proporción en la semilla y en la cáscara, que son desechadas por las industrias de procesamiento de mango y aprovechadas por otras.

El tipo de mango seleccionado para realizar esta investigación es el mango de jardín o de bocado, debido a que el mismo se consigue con mucha facilidad en el mercado ya que es el mango que se produce más en nuestro país, además se debe tomar en cuenta que del mango se procesan cosméticos, cremas, jabones, dulces, jugos, entre otros, lo cual hace atractiva su extracción.

En la industria química existen diferentes técnicas de extracción, como las Convencionales y las No Convencionales.

Entre las Convencionales tenemos las siguientes:

- Hidrodestilación.
- Tipo Soxhlet

las cuales se basan en la selección del solvente y de la temperatura óptima de operación para su extracción con vapor.

Las No Convencionales son:

- Extracción Asistida por Microondas, se basa en la transferencia de masa generada por el movimiento de moléculas.
- Extracción Asistida por Ultrasonido, se basa en la transferencia de masa por el uso de microexplosiones por la acción de expansión compresión.
- Extracción con Fluido Supercrítico, se basa en velocidad de transferencia de masa generada en la interfase.

Estas técnicas fueron analizadas, caracterizadas y estudiadas por espectroscopia de infrarrojo y considerando adicionalmente el rendimiento del extracto obtenido.

I.2. OBJETIVOS

I.2.1. General

Determinar el método de extracción y las condiciones de operación para la extracción de la pectina contenida en la semilla de mango.

I.2.2. Objetivos Específicos

1. Determinar el mejor solvente a utilizar a través de la Extracción Convencional (Soxhlet, Hidrodestilación), basándose en el rendimiento del extracto.
2. Determinar el tiempo de residencia y potencia óptima de extracción en el equipo de Extracción Asistida por Microondas (EAM), mediante el rendimiento del extracto obtenido.
3. Determinar el tiempo de residencia y temperatura óptima de extracción en el equipo de Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU), en función del rendimiento del extracto obtenido.
4. Determinar la presión óptima de extracción de la pectina contenida en la semilla de mango, considerando el rendimiento del extracto obtenido por el proceso de Extracción Supercrítica (ESC).
5. Comparar los diferentes métodos de extracción con el fin de determinar el método que permita el mejor rendimiento y la mejor calidad del extracto obtenido.
6. Evaluar el uso del extracto de la semilla contenida en el mango (pectina), como disolvente en la formación de hidratos.

CAPÍTULO II

MARCO REFERENCIAL

A continuación se describen los aspectos más resaltantes del Mango: los compuestos que contiene, partes, especificaciones químicas, beneficios alimenticios y farmacéuticos. Posteriormente, se desarrollan los conceptos relacionados con las diferentes técnicas de extracción, y por último las técnicas analíticas de caracterización de los extractos.

II.1. MANGO

El Mango (*Mangifera indica* L.), es una de las frutas tropicales más importantes de América Latina y del mundo, se produce por temporada, aproximadamente el 20% de la misma se procesa como puré, néctar, encurtidos y conservas de rodajas, entre otros, que tienen popularidad en todo el mundo. Reconocido por su delicioso sabor y aroma exótico, el mango es una rica fuente de carotenoides y proporciona un alto contenido de vitamina A (Ndiaye et al., 2008). Las cáscaras de mango son una rica fuente de pectina, con un alto grado de esterificación y compuestos fenólicos, como los flavonoles (Berardini et al., 2005). Como la cáscara no es utilizada actualmente para fines comerciales, es desechada como residuo, se ha informado que la misma contiene una serie de compuestos valiosos, como son los polifenoles, carotenoides, enzimas y fibra dietética (Ajila et al., 2007). Se trata de una rica fuente de antioxidantes, incluyendo el ácido ascórbico, así como galotaninos y derivados de la benzofenona, se ha demostrado que se presentan sobre todo en la cáscara y las semillas, en donde se han observado diferencias en cuanto a la composición de estos compuestos (Ribeiro et al., 2008).

Los carotenoides son compuestos liposolubles asociados con efectos beneficiosos en la salud, tales como la protección contra algunos tipos de cáncer, la

degeneración muscular y enfermedades del corazón, además, algunos carotenoides son precursores de la vitamina A (Ornelas-Paz, Yahia y Gardea, 2008).

En la figura N°1 se muestra la planta de mango, la fruta, la imagen de su semilla y la cáscara que la envuelve.

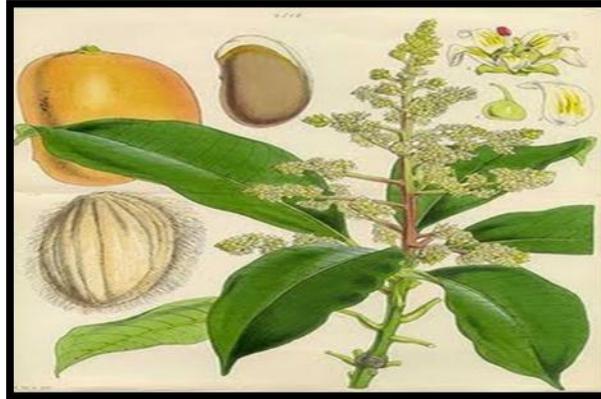


Figura N°1 Partes del Mango (Proyecto Integrado Argantonio, 2009).

Debido al consumo masivo por las propiedades curativas del mango, las exportaciones totales del mundo, aumentaron entre 1999 y 2003 en 11.848 toneladas. La pulpa comestible constituye 33-85% de la fruta fresca, mientras que la cáscara y la semilla 7-24% y 9-40% respectivamente y los subproductos de la industria de procesamiento de mango equivalen de 35-60% del peso total de la fruta (Berardini et al., 2005). La pectina degradada presenta altas viscosidades, por lo cual puede aplicarse la licuefacción enzimática de la pulpa de mango para normalizarla, ya que presenta propiedades de flujo irregulares. Por lo tanto, el componente de la fruta en el néctar final puede ser sometido a un máximo de cuatro tratamientos de calentamiento, en forma de vapor, exfoliación térmica de inactivación de las enzimas endógenas, licuefacción enzimática de la pulpa y la pasteurización del puré y del néctar (Vásquez-Caicedo et al., 2007).

A continuación en la figura N°2 se presentan fotos de la fruta, con corte transversal para visualizar su interior.



Figura N°2 Frutos de Mango (Crane, 2008).

Seguidamente se presenta en la figura N°3 una imagen del árbol de mango.



Figura N°3 Árboles de Mango y sus Frutos (González, 2005).

II.1.1 Propiedades Fisicoquímicas del Mango

El mango es una fruta rica en muchos componentes químicos útiles al organismo humano. En la tabla N°1 se presentan sus propiedades:

Tabla N°1 Propiedades Físicoquímicas del Mango (National Nutrient, sf).

Componente	masa (mg)	Composición (%)
Ácido pantoténico	0,331	0,0001394
Ácidos grasos monoinsaturados	209,000	0,0880017
Ácidos grasos poliinsaturados	106,000	0,0446324
Ácidos grasos saturados	137,000	0,0576853
Agua	169140,000	71,2181804
Azúcares	30640,000	12,9012951
Calcio	21,000	0,0088423
Caroteno, Alpha	0,035	0,0000147
Caroteno, beta	0,921	0,0003878
Cobre	0,228	0,0000960
Colesterol	0,000	0,0000000
Cryptoxanthin, beta	0,023	0,0000097
Sodio	4,000	0,0016842
Folato, DFE	0,290	0,0001221
Fósforo	23,000	0,0096844
Hidratos de Carbono	35190,000	14,8171205
Hierro	0,270	0,0001137
Vitamina B-6	0,227	0,0000956
Vitamina E (alfa-tocoferol)	2,320	0,0009769
Magnesio	19,000	0,0080002
Manganeso	0,056	0,0000236
Niacina	1,209	0,0005091
Potasio	323,000	0,1360026
Proteína	1060,000	0,4463242
Riboflavina	0,118	0,0000497
Selenio	0,001	0,0000004
Tiamina	0,120	0,0000505
Lípidos (grasa)	560,000	0,2357939
Vitamina C (ácido ascórbico)	57,300	0,0241268
Vitamina K (filoquinona)	0,008	0,0000034
Zinc	0,080	0,0000337
Total	237495,537	100,00

II.1.1.1 Pectina

Es un polisacárido que se forma del gel de las paredes celulares de las plantas y sus frutos, especialmente en las frutas cítricas. Es un tipo de fibra viscosa alimenticia cuya cantidad de monosacáridos varía entre 300 y 1000 por cadena (Natural Standard, 2009). Son sustancias blancas amorfas que forman una solución viscosa en proporciones adecuadas con azúcar y ácidos en contacto con el agua (Encarta, 2009).

La pectina está formada esencialmente por largas cadenas de Ácido Galacturónico, las cuales pueden encontrarse como carboxilos libres o como carboxilos esterificados por metanol (metoxilado). Este metanol se puede perder fácilmente por hidrólisis ácida o enzimática, dejando el grupo ácido libre.

En el mango el porcentaje de esterificación es alto, debido a esto la pectina se clasifica como de alto metoxilo (Calvo, 2005).

En la figura N°4 presentada a continuación, se muestra una fracción de la cadena del Ácido Galacturónico con alto contenido de metoxilo.

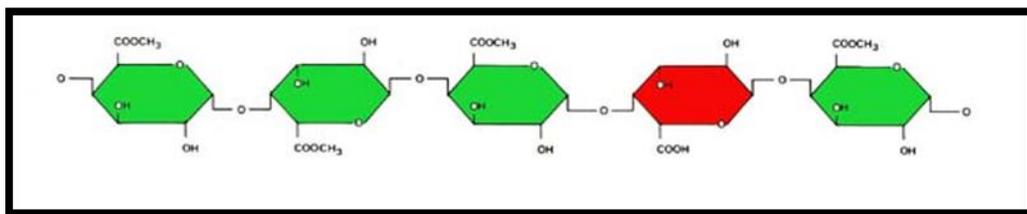


Figura N°4 Cadena del Ácido Galacturónico (Calvo, 2005).

En las pectinas existen zonas donde se rompe la continuidad de la cadena por la presencia de ramnosa, con ramificaciones de galactosa, arabinosa y xilosa, por otro lado se sabe que por cada ramnosa existen cuarenta (40) galacturónicos, que se encuentran agrupadas entre sí. Las cadenas de pectinas de alto metoxilo, se unen a través de interacciones hidrofóbicas de los grupos metoxilo o por puentes de hidrógeno, siempre y cuando exista un material muy hidrófilo. Las pectinas como estabilizantes se comportan muy bien, ya que las mismas se hinchan rápidamente con el agua, formando agregados difíciles de disolver (Calvo, 2005).

Las principales propiedades que posee la pectina son:

- Solubilidad en disoluciones acuosas, necesarios para la formación de geles.
- A mayor grado de esterificación posee mayor solubilidad.
- Insolubilidad en alcohol.
- Ayuda en la formación de soluciones viscosas.
- Formación de puentes de hidrógeno.
- Favorecen las interacciones hidrofóbicas.
- Ayudante en el proceso digestivo.

El uso de la pectina a nivel industrial, se basa en la fabricación de mermeladas, jaleas, confituras, dulces, golosinas, bebidas, patés, productos lácteos (yogurt, helados y otros), productos fármacos (encapsulamientos), reemplazantes de grasas y recientemente en la industria química (Fernández, 2005).

II.1.2 Usos y Beneficios del Mango

El mango contiene componentes antioxidantes, revitalizantes y desinflamatorios en casos de golpes o torceduras aliviando la zona afectada, además por su alto contenido de fibras es una fruta utilizada como complemento dietético y ofrece propiedades tanto laxantes como diuréticas. Adicionalmente, es empleado en la cura de enfermedades bucales, estomacales, sanguíneas y respiratorias.

Debido a su sabor y consistencia, se puede usar maduro o verde, para hacer bebidas, zumos, preparar algunos postres. El mismo además de comerse en trozos, también puede ser utilizado como vegetal en comidas.

De la semilla del mango, es extraída la manteca para ser usada en la fabricación de algunos cosméticos, como mascarillas, exfoliantes, jabones, cremas y otros.

A continuación se presentan algunos beneficios que ofrece el mango:

- Debido a su alto contenido de potasio, tiene un efecto diurético para aquellas personas que retienen líquido.

- Contiene magnesio, el cual es un relajante muscular y un componente importante en la absorción de calcio.
- Es una fuente importante de vitamina C y vitamina A.
- Contienen fenoles, los cuales son un antioxidante poderoso.
- Es rico en hierro, el cual ayuda a fortalecer el metabolismo y la hemoglobina.
- Es rico en selenio, el mismo es un componente de la enzima antioxidante Glutation peroxidasa que es una parte esencial de la defensa de nuestro organismo contra los radicales libres.
- Facilita el proceso digestivo debido a las enzimas contenidas.
- Contiene vitamina B, la misma ayuda al buen funcionamiento del sistema nervioso, el metabolismo y la piel (García, 2009).

Adicionalmente, el mango es beneficioso en el proceso de limpieza de tuberías de gas natural, las cuales trabajan con altas presiones y bajas temperaturas, esto se debe a que el mango contiene pectina, un polisacárido capaz de arrastrar consigo los hidratos de carbono formados bajo estas condiciones, en lo cual se basa el trabajo de investigación, extraer la pectina contenida en el mango para uso industrial en las tuberías de gas natural.

II.2 EXTRACCIÓN

La extracción es un proceso de separación donde dos sustancias inmiscibles entre sí, se ponen en contacto, y las sustancias a separar se disuelven en diferente proporción en las distintas fases. La extracción utiliza como principio de separación la solubilidad de los compuestos implicados en el proceso (King, 1980).

La extracción sólido-líquido es ampliamente utilizada en las industrias químicas, este proceso se realiza por cargas, en forma continua o de forma semicontinua, utilizando condiciones de operación por etapas o en contacto continuo. La forma más eficaz de favorecer la extracción sólido-líquido es a través de la difusión, disminuyendo el tamaño de la partícula para aumentar el área de transferencia de masa (Henley y Seader, 1988).

La difusión es un proceso físico irreversible, en donde la transferencia de moléculas de un lugar a otro se lleva a cabo en un medio cualquiera por diferencia de concentración (Welty et al., 1998).

En la figura N°5 se muestra la variación de la concentración del medio en función del tiempo para una membrana o pared celular que sirve como medio difusor.

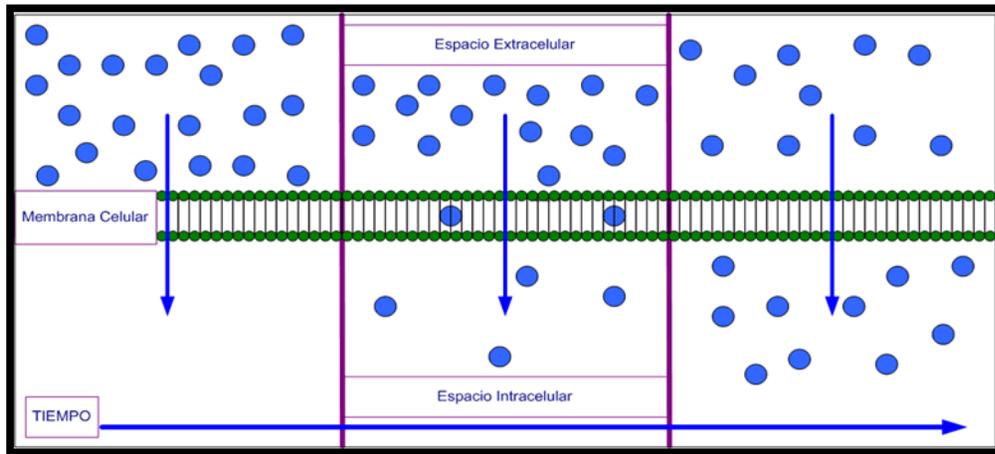


Figura N°5 Variación de la concentración en función del tiempo.

En la figura anterior se puede observar la transferencia de partículas por diferencia de concentración en función del tiempo, cabe destacar que transcurrido cierto tiempo las concentraciones a ambos lados de la membrana se igualan, quedando el sistema en equilibrio de concentración.

II.2.1 Técnicas de Extracción

En la industria química existen diferentes métodos para realizar la separación de dos o más sustancias, esto depende de las propiedades fisicoquímicas de cada materia vegetal a utilizar y de la fuerza impulsora o principio a través del cual es más factible desarrollar el proceso. El mecanismo de extracción involucra dos fenómenos físicos, como lo son: la difusión, que se lleva a cabo a través de la pared celular y la convección que arrastra el contenido una vez que las paredes celulares se han roto. A continuación se presentan algunas de las técnicas más usadas en la extracción de diferentes componentes de la materia prima.

II.2.1.1 Hidrodestilación

Esta técnica de extracción, consiste en separar mediante la adición de calor los diferentes componentes de una mezcla, aprovechando las diferencias de volatilidades de los compuestos. En este método, la materia vegetal es colocada en contacto directo con el solvente, luego aplicándole calor se comienza a destilar cuando alcance el punto de ebullición del solvente. El vapor del solvente generado por el incremento de la temperatura extrae consigo compuestos contenidos en el interior del material vegetal. La fase orgánica formada se separa del material vegetal basándose en el punto de quiebre, el cual es la temperatura de ebullición de la mezcla a presión atmosférica. La ubicación de la fase orgánica en la solución dependerá de la densidad de cada componente involucrado. La ventaja fundamental de este método de extracción es que los componentes de la materia vegetal no se degradan por efecto de la temperatura, debido a que el mismo se encuentra en constante circulación dependiendo de la temperatura de ebullición de la mezcla; sin embargo, si el caudal o la temperatura del condensador no es adecuado, puede causar pérdidas en el rendimiento del extracto (Ortuño, 2006).

En el proceso de hidrodestilación se debe tener en cuenta varios factores implicados:

Selección del solvente: el solvente a seleccionar debe ofrecer el mejor balance deseable, el mismo debe tener un alto índice de saturación y selectividad respecto al compuesto que se desea extraer, estabilidad química a las condiciones que opera el proceso, baja viscosidad para tener facilidad al moverse en el interior del material vegetal, baja toxicidad para no contaminar al manipulador del solvente, baja presión de vapor, baja densidad, baja tensión superficial para la fácil separación de las moléculas y cambio de estado, facilidad de obtención y de fácil recuperación para ser utilizado posteriormente. El agua y los alcoholes son los solventes más utilizados en la actualidad, debido a su baja toxicidad, a su rentabilidad, interacción con el medio ambiente y en general la salud. En algunos casos es utilizado un co-solvente para ayudar al solvente principal en el proceso de extracción (Ortuño, 2006).

Características de la matriz vegetal: la matriz vegetal que va a ser sometida al proceso de extracción debe tener ciertas características, el tamaño de partícula es importante considerando el fenómeno de transferencia de masa implicado, adicionalmente se debe de considerar el estado de la materia vegetal (húmeda o seca). La teoría reporta que por lo general el fenómeno de extracción se ve favorecido si la matriz vegetal se encuentra seca, esto se debe a que en el secado se eliminan ciertos componentes que aportan factor de saturación al solvente.

Condiciones de operación: se deben tomar en cuenta las condiciones de operación a las cuales está trabajando el proceso, el solvente utilizado es normalmente recuperado por evaporación, por lo cual la temperatura influye en la calidad del producto final. La temperatura del proceso de separación podría disminuirse utilizando alguna otra técnica de separación, como membranas o decantación, por la diferencia de densidad existente entre el extracto y el solvente (Ortuño, 2006).

Tiempo de extracción: es un parámetro importante dentro de la extracción, ya que a mayores tiempos mayor será la cantidad del extracto obtenido. Sin embargo, en cierto punto se alcanza la saturación del solvente, donde la cantidad extraída no sigue en aumento (Mandal et al., 2007).

En la figura N°6 se muestra un modelo industrial de hidrodestilación.

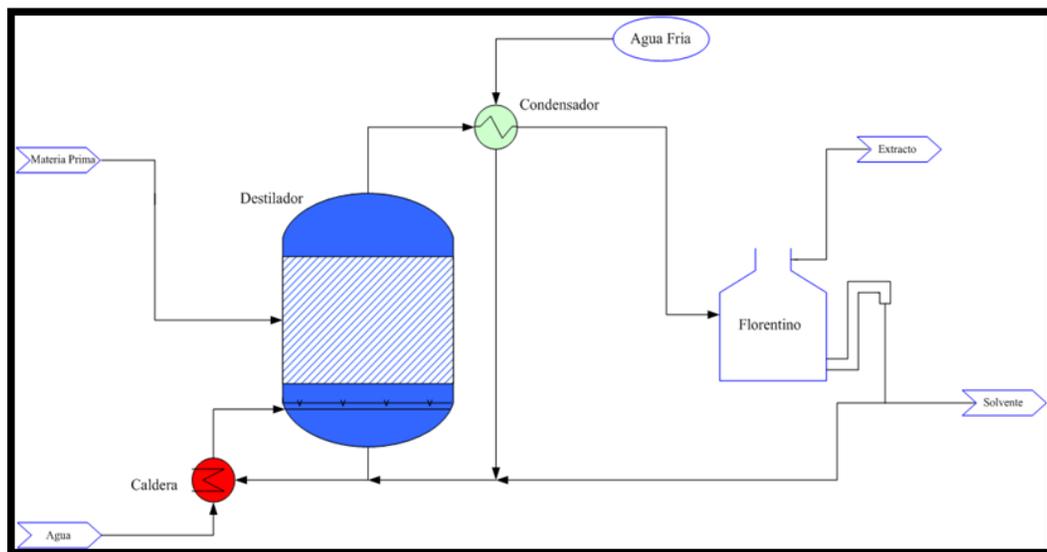


Figura N°6 Diagrama de la Hidrodestilación a Nivel Industrial (Cerpa, 2007).

II.2.1.2 Extracción con arrastre con vapor (soxhlet)

La técnica de arrastre con vapor trabaja con un solvente inicialmente en estado líquido y a presión atmosférica, elevando su temperatura superando el punto de ebullición cambia a estado gaseoso para permitir que el vapor penetre en el interior del material vegetal y así extraer los componentes de su interior por diferencia de concentración. Opera con el mismo principio que el método de hidrodestilación, su diferencia radica en que el material vegetal no se encuentra en contacto directo con el solvente, por lo cual su principal ventaja es que el mismo se satura a una razón más lenta, por lo que el rendimiento de este método de extracción tienden a ser mayores que en el proceso por hidrodestilación.

Existen múltiples equipos para realizar el proceso de extracción por arrastre con vapor, a nivel industrial y a nivel de laboratorio el más utilizado por su poca complejidad, alta eficiencia y control es el equipo Soxhlet, el cual fue inventado en el año 1879 por Franz Von Soxhlet, para ser utilizado en la extracción de lípidos a partir de muestras sólidas (Angurell et al., 2007).

En el proceso de extracción utilizando el equipo Soxhlet se debe tener en cuenta varios factores implicados, los cuales son iguales a los factores considerados en el proceso de hidrodestilación.

En la figura N°7 se muestra el equipo de extracción Soxhlet.

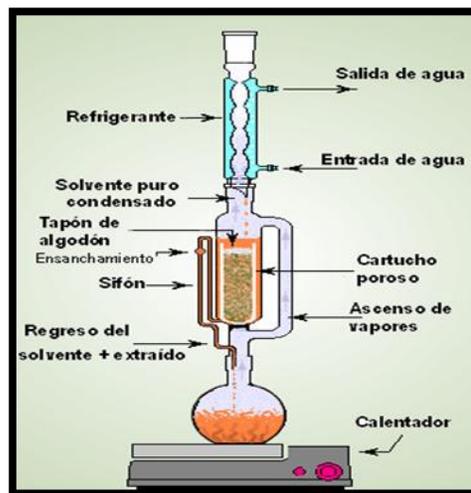


Figura N°7 Equipo de Extracción Tipo Soxhlet (Zorzal, 2009).

A continuación se presenta el funcionamiento del equipo de extracción tipo Soxhlet presentado en la Figura N°7.

El calentador es el encargado del cambio de fase del solvente, su potencia viene graduada generalmente de modo porcentual y dependiendo de la temperatura que se desea alcanzar se fija una cantidad de porcentaje.

Al cambiar de fase, el solvente asciende por el ducto de vapores y entra a la recámara donde se encuentra el material vegetal, también llamada cartucho poroso, en donde parte del gas asciende directamente al condensador y otra parte interactúa con la matriz vegetal. El vapor del solvente penetra en el material vegetal, extrayendo consigo el compuesto de interés. Luego es devuelto con el solvente al balón de calentamiento, en donde nuevamente se calienta el solvente y se comienza el proceso tantas veces como sea necesario para que la materia vegetal quede agotada.

Las principales ventajas y desventajas del uso de esta técnica de extracción son las siguientes:

Ventajas:

- El solvente y la muestra se encuentran en contacto intrínseco en repetidas ocasiones, lo cual mejora la extracción ya que siempre se emplea un solvente limpio.
- La temperatura a la cual es sometido el solvente favorece la solubilidad del analito.
- No requiere filtración posterior, quedando sólo el analito.
- Gran capacidad de recuperación del solvente.
- Poca complejidad para su uso.

Desventajas:

- El tiempo de operación normalmente es de 24 horas, por lo cual es un proceso lento.
- Se necesita gran cantidad de solvente.
- No se aplica a analitos que sus componentes se descomponga por la adición de calor.

- Necesidad de una etapa posterior de separación del solvente y el compuesto deseado (Ortuño, 2006).

II.2.1.3 Extracción Asistida por Microondas (EAM)

Las microondas son ondas de energía de alta frecuencia, son invisibles y cortas que viajan a la velocidad de la luz, son parte del espectro electromagnético y su región se encuentra entre las ondas de radio y las de radiación infrarrojo del espectro. Tienen como característica principal producir cambios en la rotación molecular y en la movilidad iónica del medio sin alterar la muestra. A continuación en la figura N°8 se presenta como está constituido el espectro electromagnético.

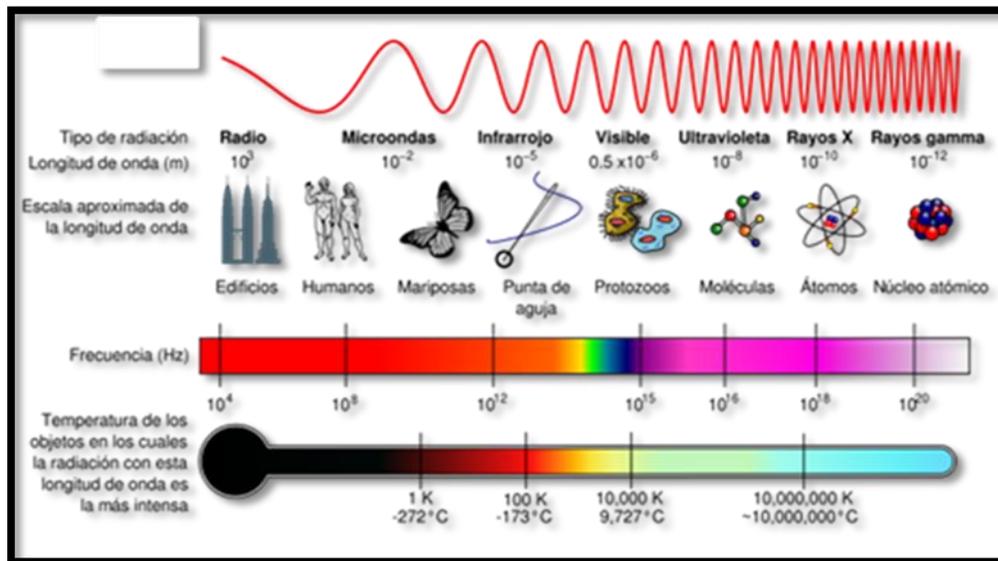


Figura N°8 Espectro Electromagnético (Gómez-Esteban, 2009).

La tecnología de microondas es utilizada en la industria para procesar materiales, en medicina para el tratamiento por diatermia y en la cocina son utilizadas en la preparación de alimentos. En calentamientos convencionales, aumenta la temperatura inicialmente en la superficie del material para luego desplazarse hacia el interior del volumen, más o menos a la misma velocidad.

Las microondas son reflejadas, transmitidas o absorbidas por los materiales en su trayectoria. En particular, los materiales metálicos reflejan totalmente las

microondas, mientras que los materiales no metálicos, como el vidrio y algunos plásticos no sufren mucho la incidencia de las ondas. Los materiales que contienen agua como los alimentos y tejidos, absorben la energía de las microondas rápidamente para luego ser convertida en calor (Liu, 2002).

El equipo de microondas está constituido por un magnetrón, éste es un oscilador que convierte el pulso de alto voltaje en potencia. Además contiene una cavidad, en donde las ondas interactúan con el sistema. En la figura N°9 se presenta una imagen de la constitución del equipo de microondas.

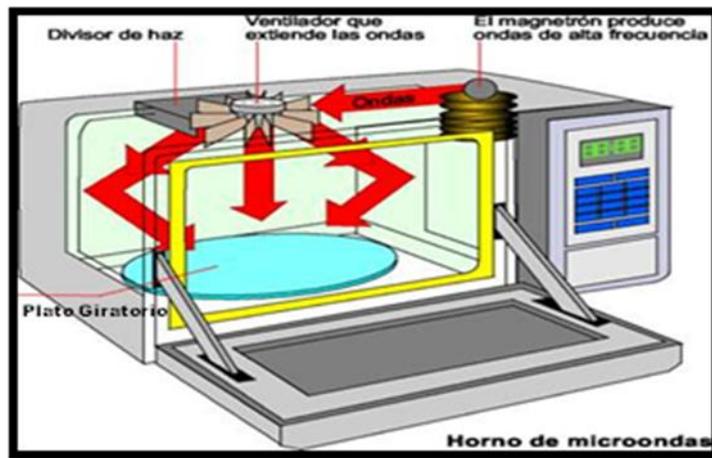


Figura N°9 Equipo de Microondas (García, 2007).

Las microondas producen dos interacciones básicas asociadas al calentamiento como lo son:

1. Disipación de energía por conductividad térmica, ocurre cuando una onda electromagnética atraviesa un fluido y los iones presentes en el mismo se ven afectados por su paso, ejerciendo una fuerza que hace migrar los iones en función del campo eléctrico. Dicha migración iónica se encuentra asociada a una resistencia del fluido al movimiento de iones, esto contribuye al calentamiento de la materia, luego de que los iones se desplazan en el campo eléctrico, se genera calor por fricción iónica, convirtiendo la energía cinética en calor.

2. Disipación de la energía por rotación de dipolos, cuando la molécula es irradiada con las microondas, intentará alinearse con el campo eléctrico por rotación, es decir, si la frecuencia de rotación molecular es parecida a la frecuencia de irradiación, la molécula se alineará con el campo oscilatorio, por lo cual la energía eléctrica es absorbida por la molécula. Se sabe que compuestos con constantes dieléctricas altas absorben la energía por irradiación más rápido que una de menor constante (Liu, 2002).

La Extracción Asistida por Microondas (EAM), es una técnica de extracción donde la muestra se calienta en contacto directo con el solvente por medio de la energía microondas. La temperatura de ebullición y la naturaleza del solvente separan los compuestos de interés de la materia prima.

La Extracción Asistida por Microondas, tiene como principio fundamental poner en contacto directo la materia prima de extracción con el solvente seleccionado, el cual debe poseer habilidad para separar los compuestos de interés. Seguidamente, la materia prima es irradiada por microondas, donde se convierte en energía calórica y por ende existe un aumento de temperatura dentro la materia prima (Bélanger et al., 2006).

Esta técnica es innovadora, reciente y ha despertado interés en el campo de los alimentos, ya que su extracción es muy rápida y eficiente debido a la solubilidad de los solventes con la materia prima. El proceso de extracción con microondas presenta varias ventajas, entre las cuales se encuentran las siguientes:

- Tiempos cortos de operación.
- Por el movimiento molecular, se presentan la agitación y la extracción simultáneamente.
- Bajo consumo de solvente.
- Se logran alcanzar altas temperaturas.
- Bajo consumo de energía.

Entre las desventajas principales que tiene esta técnica tenemos las siguientes:

- Necesidad de un proceso de filtración posterior a la extracción para separar el extracto de la materia prima.
- Existencia de puntos fríos y puntos calientes.
- Sobrecalentamiento de la muestra (ElKhorri et al., 2007).

En el proceso de Extracción Asistida por Microondas se debe tener en cuenta varios factores implicados:

Selección del Solvente: su selección debe ser adecuada para obtener un proceso de extracción óptimo, es imprescindible que sea soluble con el compuesto activo de la materia prima y tener una alta selectividad. La separación del solvente con el compuesto activo y su rentabilidad económica son parámetros importantes para su selección.

Potencia: ésta se mide en valor porcentual y es directamente proporcional a la temperatura alcanzada por el material vegetal. Al utilizar una alta potencia se rompe la pared celular, por lo que en el proceso de extracción se arrastran impurezas y productos no deseados. Al realizar la extracción a baja potencia, la ruptura de la pared celular ocurre paulatinamente, por lo que la extracción es más selectiva (Mandal et al., 2007).

Tiempo de extracción: es un aspecto importante que se debe tomar en cuenta en la extracción, ya que al aumentar el tiempo se incrementa la cantidad de compuesto activo extraído, aunque puede ocurrir degradación de ciertos componentes de la materia prima. Para evitar esta degradación, se debe trabajar con tiempos cortos de extracción. Las constantes dieléctricas influyen directamente con la temperatura alcanzada por el solvente (Mandal et al., 2007).

Tamaño de Partícula: considerando el fenómeno de transferencia de masa, a tamaño de partícula menor, mayor es el área superficial por lo cual se beneficia este fenómeno. Por otra parte, el tamaño de partícula afecta el alcance de la microonda en el interior de la materia vegetal, la temperatura y la uniformidad del calentamiento. Las partículas de formas esféricas o cilíndricas se calentarán de forma uniforme,

mientras que las partículas con formas irregulares presentan perfiles de temperaturas no uniformes, debido a su geometría (Incropera, 1999).

II.2.1.4 Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU)

Los ultrasonidos son formas de energía de alta frecuencia que son imperceptibles por el oído humano. Son vibraciones que se desplazan en un medio causando compresión y expansión del material. Este movimiento oscilatorio forma burbujas o cavidades en el líquido, donde por efecto de las ondas, la temperatura se incrementa causando la ruptura de la tensión superficial, favoreciendo la solubilidad penetrando el solvente en el material vegetal, arrastrando consigo los componentes activos por diferencia de concentración. Constituyen una forma de extracción muy económica y simple respecto a otras técnicas, por medio de la disolución de muestras sólidas (Azuola y Vargas, 2007).

Esta técnica de extracción se fundamenta en la transferencia de masa del sólido al solvente que es sometido al ultrasonido, utilizando como fenómeno de transporte la difusión por la pared celular y la convección en los poros del sólido. Por acción del ultrasonido, las partículas sólidas y líquidas se encuentran en constante vibración y aceleración, dando como resultado el paso rápido del soluto de la fase sólida hacia el solvente. La extracción con ultrasonido presenta varias ventajas, entre las cuales se tienen las siguientes:

- Técnica económicamente viable.
- Bajo requerimiento de equipos para su funcionamiento.
- Variados usos en el área de alimentos.
- Facilita la rehidratación del tejido de materia seca al abrirle los poros.

Las principales desventajas que presenta este tipo de extracción son las siguientes:

- La extracción se ve afectada por la frecuencia de las ondas.
- No todos los equipos de ultrasonido poseen control de temperatura.
- La extracción depende de la temperatura.

Los factores que afectan la EAU son:

Selección del Solvente: el tipo de solvente empleado en esta técnica de extracción depende de la materia prima, es decir, deben presentar cierto grado de afinidad. Además, se requiere que el solvente sea selectivo hacia el componente activo que se desea extraer y que sea beneficioso para el proceso a nivel económico, ambiental, salud y seguridad.

Tamaño de la partícula: considerando el fenómeno de transferencia de masa, a tamaño de partícula menor, mayor es el área superficial por lo cual se beneficia este fenómeno. Al reducir el tamaño de la partícula de la materia vegetal se aumenta el área de exposición a la cavitación producida por la expansión y compresión de las ondas ultrasónicas con el solvente por lo que el proceso de extracción se acelera (Azuola y Vargas, 2007).

Temperatura: afecta la viscosidad, tensión superficial y presión de vapor del solvente, por lo cual influye en la penetración del mismo a la materia vegetal. Al aumentar la temperatura, disminuye la viscosidad, aumenta la presión de vapor y existe mayor facilidad en la ruptura de la tensión superficial, debido al sometimiento del ultrasonido sobre la muestra (Patist y Bates, 2008).

Tiempo de extracción: es un parámetro importante dentro de la extracción, ya que a mayores tiempos mayor será la cantidad del extracto obtenido. En situaciones particulares, disminuyendo el tamaño de la partícula, es decir, aumentando el área de transferencia de masa, disminuye el tiempo requerido para la extracción (Mandal et al., 2007).



Figura N°10 Equipo de Ultrasonido (Scrcorse, 2007).

II.2.1.5 Extracción con Fluido Supercrítico (ESC)

Los fluidos supercríticos son líquidos o gases en condiciones ambientales, que luego son llevadas a condiciones de operación de presión y temperatura por encima del punto crítico. Su característica fundamental es que a estas condiciones se aprovechan las propiedades más importantes de cada fase, la densidad del gas para penetrar en la materia vegetal y la difusividad del líquido para disolver y arrastrar el componente activo de la materia (Wordpress, 2007).

Los tres estados de la materia se encuentran separados por equilibrios, los cuales son los siguientes: sólido-líquido o de fusión, sólido-gas o de sublimación y líquido-gas o de vaporización. En la unión de estas curvas de equilibrio se encuentra el llamado “punto triple” donde coexisten los tres estados de la materia. Por otro lado, al final de la curva de vaporización se encuentra el punto crítico, región donde dejan de existir las fases líquida y gaseosa, dando paso a una nueva fase, llamada “fase supercrítica”, que se encuentra por encima de la temperatura y presión crítica.

A continuación en la figura N°11 se presenta un diagrama de fases para el dióxido de carbono.

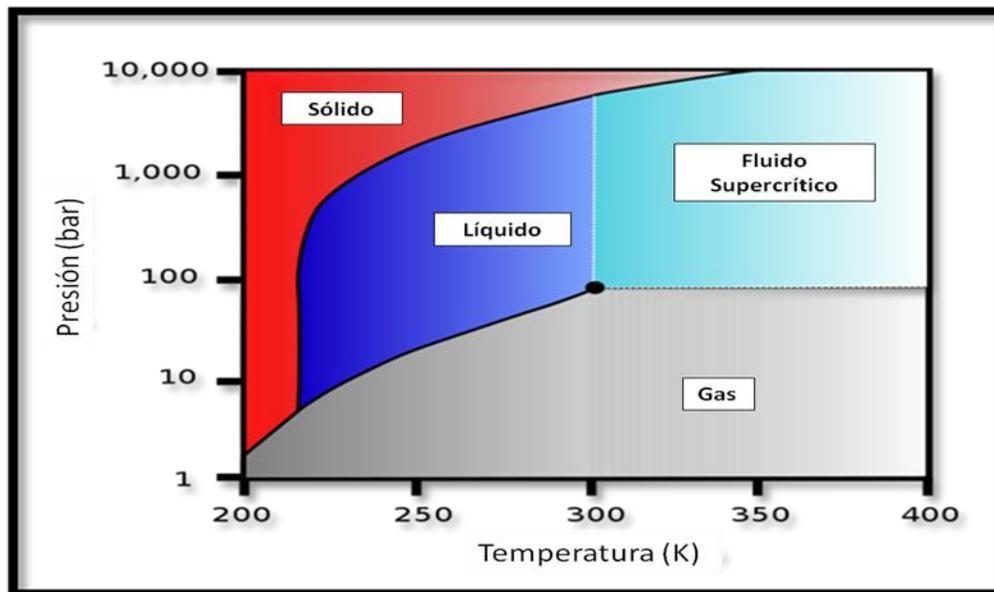


Figura N°11 Diagrama de Fases del Dióxido de Carbono (Jacobs, 2008).

En la figura anterior se puede observar en color gris la fase gaseosa, en color azul marino la fase líquida, en color rojo la fase sólida y en color azul celeste la fase del fluido supercrítico.

Las propiedades de los fluidos supercríticos más importantes se presentan en la tabla N°2 a continuación.

Tabla N°2 Propiedades de los Fluidos Supercríticos (Felder y Rousseau, 2005).

Solvente	Temperatura Crítica (°C)	Presión Crítica (bar)	Densidad (Kg/m³)
Agua	374,0	220,9	322,6
Etanol	240,4	61,4	276,0
Metanol	239,4	80,9	272,0
Dióxido de Carbono	31,0	73,9	467,6

A nivel industrial, el solvente más usado es el dióxido de carbono, esto se debe a que su temperatura crítica es una de las más bajas comparadas con el resto de los solventes, adicionalmente, a estas condiciones de temperatura el dióxido de carbono presenta una baja viscosidad, baja tensión superficial y un alto coeficiente de difusión, lo que permite que penetre en el interior de la materia vegetal con mayor facilidad. El poder disolvente de una sustancia pura depende en gran parte de su densidad, la misma puede ser modificada en forma continua variando la presión y/o la temperatura. La transferencia de materia de los fluidos supercríticos viene limitada por dos propiedades, la viscosidad y la difusividad. El CO₂ en estado supercrítico es soluble con distintos compuestos orgánicos como hidrocarburos, ésteres, éteres, cetonas, alcoholes y aldehídos.

La extracción con fluido supercrítico se basa en la transferencia de masa del interior del material vegetal hacia el exterior, usando como fuerza impulsora la difusión y aprovechando a su vez la difusividad del líquido en conjunto con la viscosidad del gas a partir de las condiciones de operación preestablecidas. El uso de

un co-solvente puede mejorar la transferencia de masa y la selectividad del componente activo.

El equipo de extracción supercrítica debe tener alta resistencia mecánica, es decir, soportar altas presiones. Igualmente el equipo debe ofrecer alta seguridad al operario, por lo que las bridas, sellos, el espesor de las paredes y el material con que se diseñó debe ser el adecuado para resistir una posible fuga (Mandal et al., 2007).

Las ventajas que presenta esta técnica son las siguientes:

- No es tóxica.
- No deja residuo en sus productos.
- Alta calidad del extracto obtenido.
- Debido a las bajas temperaturas de operación no se degradan los componentes contenidos en la materia vegetal.

Las principales desventajas de esta técnica de extracción son las siguientes:

- Costos de operación y mantenimiento muy elevados.
- Requiere un control de presión.
- Equipos de dimensiones grandes.
- Los componentes se oxidan fácilmente.
- Control riguroso de seguridad.

Los factores que afectan la ESC:

Selección del solvente y co-solvente: escoger un solvente que posea las propiedades adecuadas a las condiciones de operación es fundamental para llevar a cabo la extracción, tanto el solvente como el co-solvente deben ser afines con el componente activo a extraer, además que ambos deben ser económicamente rentables para llevar a cabo la operación.

Tiempo de extracción: es un factor importante para la extracción, es proporcional a la cantidad de extracto obtenido; sin embargo, después de transcurrida cierta cantidad de tiempo el rendimiento tiende a estabilizarse (Mandal et al., 2007).

Temperatura: someter el reactor a un tratamiento térmico (baño de maría) es útil para variar la solubilidad y mejorar la extracción del componente activo contenido en la materia vegetal. Por otra parte, afecta las propiedades fundamentales como la densidad, la viscosidad, los componentes activos de la materia sin degradarlos (Patist y Bates, 2008).

Presión de Operación: afecta directamente la difusividad por lo que la transferencia de masa se ve influenciada directamente, es la propiedad fundamental del solvente para llevar a cabo la extracción (Welty, Wicks y Wilson, 1998).

A continuación se presenta en la figura N°12 el esquema del equipo del proceso de extracción con fluido Supercrítico.

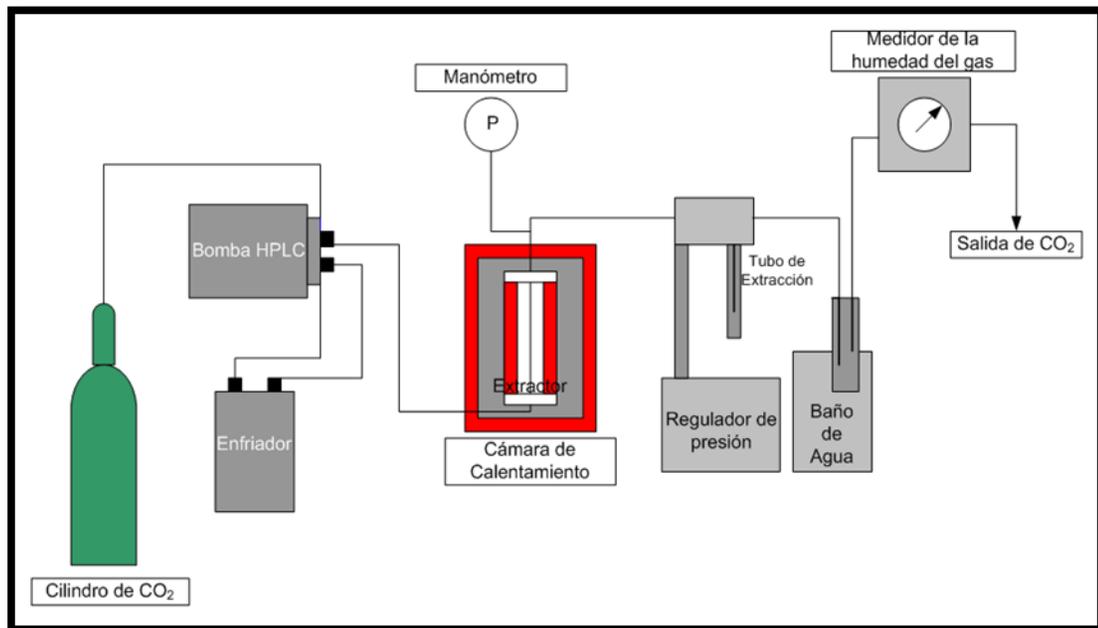


Figura N°12 Diagrama del equipo de Extracción con Fluido Supercrítico a nivel industrial (Machmudah et al., 2008).

II.3. CARACTERIZACIÓN Y ANÁLISIS QUÍMICO

Entre los métodos de caracterización química se encuentran una serie de técnicas y procedimientos con el fin de identificar y cuantificar la composición química de los compuestos contenidos en una mezcla de sustancias.

A continuación en la tabla N°3 se presenta un cuadro con la técnica de caracterización y análisis químico, con el principio de la técnica, información obtenida y algunos aspectos importantes.

Tabla N°3 Nombre, Principio e Información Generada de las Técnicas de Análisis (Rius, 2007).

Nombre de la Técnica	Principio de la Técnica	Información Generada
Espectroscopia de Infrarrojo	Debido a la energía suministrada, esta técnica se basa en la absorción de radiación IR por las moléculas en vibración, permitiendo el análisis cualitativo y cuantitativo de la muestra analizada.	Genera una curva de Transmitancia en función de la longitud de onda, permitiendo identificar y cuantificar los compuestos puros pero sobre todo los grupos funcionales contenidos en una muestra. Permite el análisis de polímeros, aditivos, contaminantes ambientales y diversas áreas de industria química y de la medicina.

A continuación en la figura N°13 se presenta una imagen del equipo de caracterización que trabaja por espectroscopia de infrarrojo.



Figura N°13 Equipo de Espectroscopia de Infrarrojo de doble haz (Rius, 2007).

El espectrofotómetro de doble haz, permite la obtención de espectros IR en el rango $250-4000\text{ cm}^{-1}$. Los espectros de las muestras pueden ser registrados en modo Transmitancia o Absorbancia. Para la cuantificación de los espectros IR, se debe situar en el recorrido del haz de referencia el sustrato sin depósito o bien una pastilla de bromuro potásico con objeto de compensar la Transmitancia o Absorbancia correspondiente al soporte de la muestra problema.

Cada compuesto químico tiene asociado un espectro infrarrojo característico, donde los picos de absorción corresponden a determinadas energías de vibración de los enlaces químicos presentes. Por lo tanto, esta técnica permite detectar la presencia, en el material analizado, de diferentes impurezas. Por último, es posible cuantificar el número de enlaces presentes en la muestra analizada, conociendo previamente la absorptividad asociada al tipo de enlace correspondiente (Gómez y Fernández, 2007).

II.4. HIDRATOS

Los hidratos son estructuras cristalinas de moléculas de agua, muy parecidas al hielo, que se pueden formar por la combinación de gas natural y agua, a presiones mayores a 1000 psig y temperaturas menores a -5°C , en cuyo interior encierran una única molécula de gas sin enlace químico (Corredor y Hernández, 2008).

Para la formación de hidratos se necesitan tres factores importantes: condiciones de presión y temperatura adecuadas, presencia de especies formadoras de hidratos como gases de hidrocarburos y dióxido de carbono y una cantidad suficiente de agua.

Existen tres tipos de hidratos dependiendo del arreglo tridimensional que estos presenten, tipo I, tipo II y tipo H. Las estructuras tipo I, son generalmente formadas por metano, las estructuras tipo II son formadas generalmente por propano, butano y Tetrahidrofurano (THF) y las estructuras tipo H son formadas por mezclas de hidrocarburos gaseosos.

El fenómeno de formación de los hidratos se lleva a cabo a través de la nucleación y el crecimiento, donde los pequeños cristales se sobresaturan y empiezan a aglomerarse unos con otros creando núcleos, estos núcleos tienen a unirse por acción de los puentes de hidrógeno hasta llegar a un punto crítico en donde el crecimiento cesa (Carroll, 1958).

La reacción de formación del hidrato presenta dos etapas de energía, la primera es endotérmica, correspondiente a la nucleación y la segunda es exotérmica, correspondientes al crecimiento, en donde sus magnitudes son iguales (MDS, 2009).

Los hidratos han sido de gran importancia en la industria gasífera, donde la obstrucción de las tuberías de flujo de gas natural origina la disminución en el flujo circulante, por lo cual es necesario impedir la nucleación y formación minimizando las posibilidades de generación en tramos de tubería.

II.5. ANTECEDENTES

A continuación se presentan en orden cronológico los trabajos de investigación realizados en el área de extracción química por diferentes técnicas: Convencional (Hidrodestilación y Soxhlet) y No Convencionales (EAM, EAU y ESC), que sirvieron de base para la realización de este trabajo de grado.

Berardini, Knödler, Schieber & Carle. (2005) Utilization of mango peels as a source of pectin and polyphenolics.

Ellos propusieron dos opciones diferentes para la recuperación combinada de la pectina y los compuestos fenólicos de las cáscaras de mango. Luego del proceso de extracción de la cáscara del mango con ácido sulfúrico diluido, los compuestos fenólicos se absorbieron mediante una resina de estireno y la pectina se obtuvo a través de la precipitación con etanol, después se recuperaron los compuestos fenólicos de la resina con metanol y el efluente se liofilizó (proceso I). Otra alternativa usada, es la precipitación de la pectina por adición de extracto crudo al etanol, después de remover los solventes orgánicos los componentes fenólicos fueron obtenidos de la fase acuosa de la precipitación haciendo uso un baño de resina como

el descrito anteriormente en el proceso I (proceso II). A través del proceso I, se detectó una cantidad total de 129,4 mg/g de polifenoles, mientras que en el proceso II solo se recuperó una cantidad total de 71,0 mg/g de polifenoles. Lo que revela que durante la precipitación de la pectina los compuestos polifenólicos presentan una absorción preferencial, además de que el proceso está influenciado por la temperatura de secado, lo que indica una pérdida significativa de los glucósidos de flavonoles en función de la exposición al calor. La capacidad antioxidante de los extractos demuestra que las cáscaras de mango son una fuente adecuada para la salud por sus compuestos beneficiosos. En esta investigación, se encontró que la cáscara del mango es una rica fuente de pectina, con un alto grado de esterificación y alto contenido de compuestos fenólicos, como los flavonoles-O y C en xantonas glucósidos. Por lo tanto, los dos procesos alternativos para la recuperación combinada de la pectina y los polifenoles, pueden ser fácilmente integrados en un proceso existente de producción de pectina.

Anzuola & Vargas. (2007) Extracción de sustancias Asistida por Ultrasonido (EAU).

En este trabajo de investigación se comparó la Extracción Asistida por Ultrasonido con las diferentes técnicas de extracción, tanto las convencionales como las no convencionales para analizar su eficiencia y viabilidad en la industria. Con la finalidad de conocer si la EAU es más eficiente que la otras técnicas de extracción, se realizó una revisión bibliográfica de diferentes publicaciones científicas recientes, acerca de los fundamentos de la técnica y el estudio de su rendimiento respecto a la otras técnicas de extracción, lo que garantiza su expansión en la industria alimentaria. Adicionalmente mencionan todos los tipos de ultrasonidos existentes en el mercado y los usos del ultrasonido como: limpieza, desinfección, mezclado, emulsificación, impregnación, filtración, cristalización, precipitación, congelación, deshidratación y extracción. A la conclusión que se llegó, es que a través de distintos estudios la EAU es más eficiente que la de EAM y que también puede asistir a la extracción con fluido

supercríticos. Además de que la eficiencia de extracción depende de la técnica, la temperatura de operación, el solvente y el tiempo de residencia.

Machmudah et al. (2007) Pressure effect in supercritical CO₂ extraction of plant seeds.

En este trabajo se estudió la influencia de la presión sobre la extracción supercrítica con dióxido de carbono sobre tres tipos de semilla (semillas de níspero, aceite de rosa mosqueta y nuez). La extracción se realizó a varias temperaturas que se mantuvieron constantes (40, 60 y 80 °C) y diversas presiones que varía entre 9 y 15 MPa utilizando como solvente hexano. Para el aceite de rosa mosqueta la extracción con fluido supercrítico logró mayor rendimiento utilizando hexano como Co-Solvente. En el caso de la semilla de níspero el rendimiento aumenta con la disminución de la presión a temperaturas de operación de 60°C y 80°C; sin embargo, a 40°C se observó que el rendimiento es independiente de la presión de operación. Para el caso de la nuez, se obtuvo una alta recuperación de extracto a temperatura constante (40, 60 u 80 °C) que va desde un 83,7 % a un 88,7% de rendimiento. Utilizando el equipo soxhlet los resultados obtenidos para la extracción del aceite de rosa mosqueta, las semillas de níspero y las nueces fueron 15,4 %, 11,6% y 58,3% respectivamente. Se llegó a la conclusión de que al extraer el aceite de rosa mosqueta el rendimiento es directamente proporcional a la presión en tiempos menores a una hora y disminuye progresivamente a tiempos mayores a 2 horas. Para las semillas de níspero el rendimiento es inversamente proporcional a la presión de operación a altas temperaturas, pero a bajas temperaturas su comportamiento es independiente de la presión. En cuanto a la nuez, su rendimiento es proporcional a la presión de operación a temperatura constante. Todo esto trabajando con dos modelos cinéticos distintos que demuestran la consistencia de los resultados obtenidos.

CAPÍTULO III

METODOLOGIA

En el presente capítulo se presenta la metodología a seguir para cumplir con el objetivo general y los objetivos específicos planteados en el presente Trabajo Especial de Grado. Asimismo, se hará una breve descripción de los equipos y materiales a utilizar.

III.1. METODOLOGÍA GENERAL

La metodología para extraer la pectina contenida en la semilla del mango y para cumplir con los objetivos planteados se realizó de la siguiente manera:

- Se realizó una revisión bibliográfica acerca de la pectina, sus usos como inhibidor, efectos antioxidantes, revitalizantes y desinflamatorios en el organismo humano, en la formación de hidratos, técnicas de extracción, resultados obtenidos y antecedentes al trabajo realizado a la almendra del mango.

III.1.1. Preparación de las Semillas

A continuación en la figura N°14 se muestra el esquema general para la preparación de la semilla de mango.

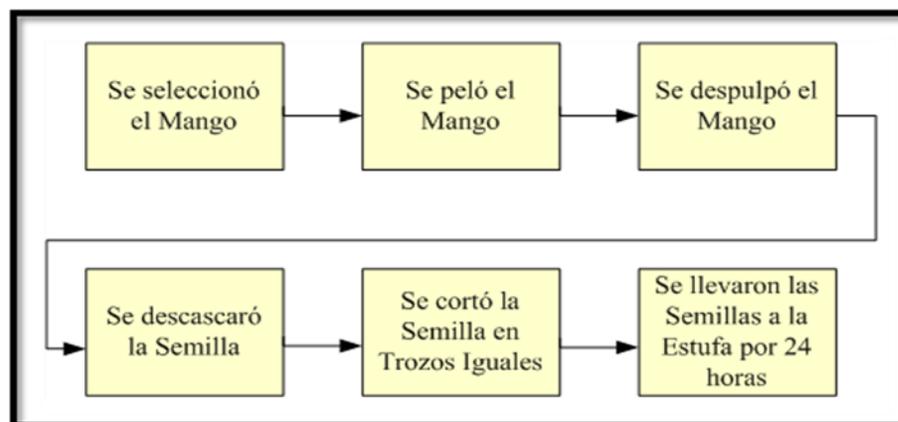


Figura N°14 Esquema General del Proceso de Preparación de la Semilla de Mango.

- Se seleccionó el mango de bocado o de jardín, por ser el que más se produce en Venezuela. En buen estado y maduro, ya que contiene mayor cantidad del compuesto de interés.
- Se pelaron, se despulparon y descascaron los mangos para extraer la semilla.
- Se cortaron las semillas en tamaños aproximadamente iguales para aumentar la transferencia de masa. Se utilizó el tamaño recomendado de un octavo (1/8) del tamaño de la semilla, para garantizar la transferencia de masa.
- Se secaron las semillas en la estufa durante 24 horas a 60°C, donde se deshidrataron para disminuir la influencia del agua en la saturación del solvente.

III.1.2. Extracción de la Pectina

La extracción de la pectina se llevó a cabo con diferentes técnicas mostradas en el esquema de la figura N°15

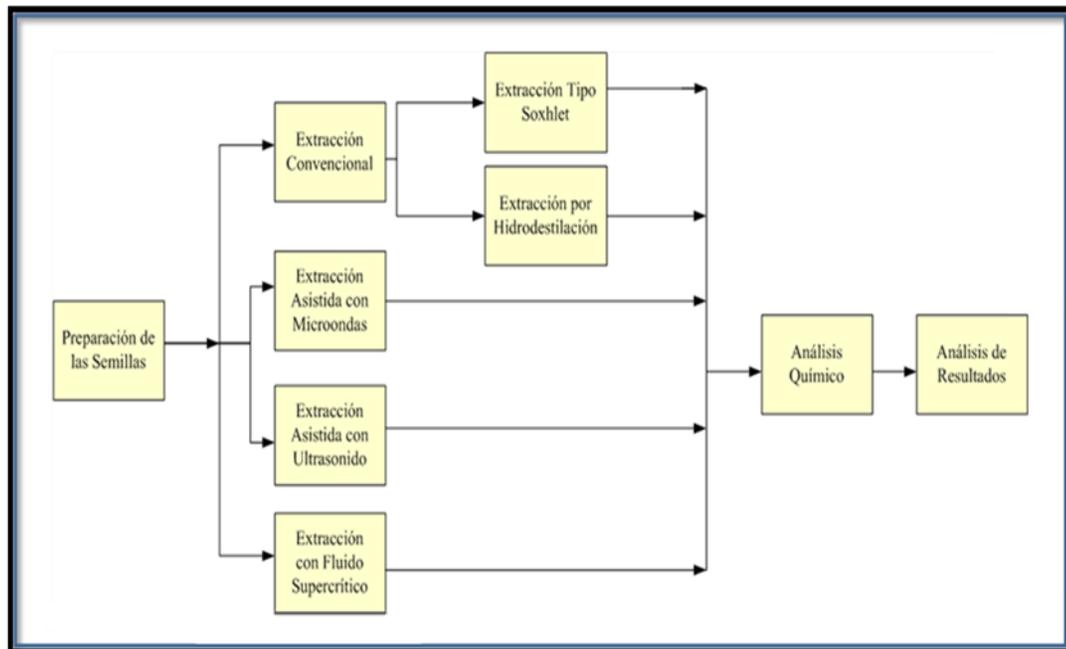


Figura N°15 Esquema General del Proceso de Extracción.

III.1.2.1. Extracción Convencional

Para la extracción de la pectina por arrastre de vapor, fue necesario operar con equipo tipo Soxhlet y con un equipo de Hidrodestilación, los cuales se encuentran en el Módulo III (Laboratorio de Bioquímica y Microbiología) de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela.

- Se realizó el montaje del equipo, ajustándolo a las condiciones de operación tanto de presión (atmosférica) y temperatura (punto de ebullición del solvente), además se colocó la potencia en un 40% en la manta de calentamiento.
- Se necesitó una carga inicial de materia vegetal de 50 gramos, para ocupar el máximo volumen del porta muestra.
- La destilación se realizó en un tiempo de 24 horas por motivo de prueba estándar y luego se llevó la muestra a la estufa por 24 horas para asegurar el correcto secado de las semillas y así medir el rendimiento a través de la Ecuación (1).

$$\text{Rendimiento}(\%) = \left[\frac{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g.}) - \text{masa}_{\text{final}}(\text{g.})}{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g.})} \right] \cdot 100\% \quad \text{Ecuación 1}$$

- Se repitió el proceso con los distintos solventes (agua, metanol, propanol, etanol, butanol, ciclohexano, hexano) y se calculó el rendimiento con la Ecuación 1. El mejor solvente seleccionado fue aquel que reportó mayor rendimiento.

III.1.2.2. Extracción Asistida por Microondas

Para la extracción de la pectina, fue necesario operar con un equipo de Microondas, el cual se encuentra en el Módulo III (Laboratorio de Bioquímica y Microbiología) de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela.

- Se seleccionó como solvente el obtenido en la técnica de extracción convencional.

- Se determinó el tiempo de ebullición del solvente operando el equipo al 100% de potencia, midiendo el tiempo en que tardaron físicamente en aparecer las primeras burbujas de ebullición del solvente, incrementándolo en 5 segundos por prueba, debido a la poca variación de temperatura generada con esa diferencia de tiempo.
- Se necesitó una carga inicial de materia vegetal de 50 gramos para mantener constante la cantidad de masa utilizada en cada técnica de extracción.
- Se determinó la relación soluto/solvente (1:2 o 1:5) con la que se realizó la extracción.
- La extracción se realizó colocando la materia vegetal en una fiola junto con el solvente y se colocó el tiempo obtenido para alcanzar el punto de ebullición del solvente trabajando el microondas al 100% de potencia.
- Se filtró la muestra para separar la materia vegetal del solvente, y luego se llevó la muestra a la estufa por 24 horas para secar adecuadamente la materia vegetal y así medir el rendimiento a través de la Ecuación (1).
- Se repitió el paso anterior haciendo un barrido de potencia que varía en 10% por experimento para comparar (entre 0% y 100%).
- La potencia seleccionada como la mejor fue la que reportó el mayor valor de rendimiento del extracto obtenido.

III.1.2.3. Extracción Asistida por Ultrasonido

Para la extracción de la pectina, fue necesario operar el equipo de Ultrasonido, el cual se encuentra en el Módulo III (Laboratorio de Bioquímica y Microbiología) de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela.

- Se seleccionó como solvente el obtenido en la técnica de extracción convencional.
- Se trabajó con la relación soluto/solvente de mayor rendimiento obtenida en la técnica de extracción asistida por microondas.

- Se necesitó una carga inicial de materia vegetal de 50 gramos para mantener constante la cantidad de masa utilizada en cada técnica de extracción.
- Se realizó un barrido de tiempo de residencia (10, 20 y 45) minutos y de temperatura (30 y 60) °C, los cuales son los valores estándar que posee el equipo de ultrasonido y lo más usados en procesos de extracción.
- Se filtró la muestra para separar la materia vegetal del solvente, y luego se llevó a la estufa por 24 horas para asegurar el correcto secado del material vegetal y así medir el rendimiento a través de la Ecuación (1).
- Se seleccionó el tiempo de residencia y la temperatura de operación que reportó el mayor valor de rendimiento del extracto obtenido.

III.1.2.4. Extracción con Fluido Supercrítico

Para la extracción de la pectina, fue necesario operar el equipo de Extracción con Fluido Supercrítico, el cual se encuentra en el Módulo I (Laboratorio de Operaciones Unitarias) de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela.

- Se seleccionó como co-solvente el obtenido en la técnica de extracción convencional, para capturar los componentes extraídos por el solvente.
- Se necesitó una carga inicial de materia vegetal de 50 gramos para mantener constante la cantidad de masa utilizada en cada técnica de extracción.
- Con una temperatura fija de 30°C (ambiental) y un tiempo de residencia de dos (2) horas, estos valores debido a pruebas estándar y acorde a lo investigado respecto a los métodos con respecto al incremento del material extraído, se efectuó un barrido de presiones de extracción supercrítica (1100, 1300 y 1700) psig, con la finalidad de determinar el efecto de la presión sobre el rendimiento y la composición del extracto.
- Se llevó la muestra a la estufa por 24 horas para asegurar el correcto secado del material vegetal y se calculó el rendimiento a través de la Ecuación (1).
- La presión óptima de operación fue la que arrojó el mayor valor de rendimiento del extracto obtenido.

III.1.3. Caracterización y Análisis de los resultados

Con el fin de lograr una correcta identificación de la técnica más útil se analizaron los extractos obtenidos por medio de espectroscopia de infrarrojo y el análisis alterno para saber si el extracto obtenido funciona como inhibidor de hidratos, las cuales se realizaron en el Laboratorio de Radiación Magnética Nuclear de la Escuela de Química de la Facultad de Ciencias y en el Módulo III correspondiente al Laboratorio de Bioquímica y Microbiología de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería, ambos en la Universidad Central de Venezuela (UCV).

- Se generaron duplicados de todas las muestras para minimizar el error humano y poseer mayor información del extracto obtenido.
- Se compararon los resultados de la Extracción Convencional, Extracción Supercrítica, Extracción Asistida con Ultrasonido y Extracción Asistida con Microondas, en cuanto a rendimiento y se comprobó la utilidad del extracto como inhibidor en la formación de hidratos.

III.1.4. Formación de Hidratos

Para la generar los Hidratos, fue necesario operar el equipo de Formación de Hidratos marca B. Braun, modelo Frigomix 1495, el cual se encuentra en el Módulo III (Laboratorio de Bioquímica y Microbiología) de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela.

- Se realizó el montaje del equipo, ajustándolo a la temperatura de operación.
- Se esperó el tiempo necesario para que el equipo llegara a la temperatura de operación.
- Se agregó la solución (agua destilada, THF hidratado, THF puro) para la formación del cristal.
- Se midió la conductividad y la temperatura en intervalos de tiempo iguales (30 segundos) hasta que se observó la cristalización de la solución.
- Seguidamente se agregó el extracto de mango midiendo la conductividad y la temperatura en el mismo intervalo de tiempo anterior hasta alcanzar el tiempo

necesario en que la conductividad de la mezcla de la solución y el extracto de mango se estabilizara.

III.2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

A continuación se presenta el procedimiento experimental

III.2.1. Preparación de las Semillas

- Se seleccionó el mango de bocado.
- Se extrajo la semilla del mango.
- Se cortaron las semillas en tamaños aproximadamente iguales.
- Se secaron las semillas durante 24 horas a 60°C en la estufa.
- Se guardaron las semillas en bolsas herméticas para evitar que absorbieran humedad del ambiente.
- Se pesaron 50 gramos de semillas para cada montaje que se realizó.

III.2.2. Extracción de la Pectina

A continuación se describen los equipos y el procedimiento experimental para las técnicas aplicadas.

III.2.2.1. Extracción Convencional

Descripción del equipo Soxhlet

El equipo de destilación por arrastre de vapor Soxhlet es el que se presenta en la figura N° 16.

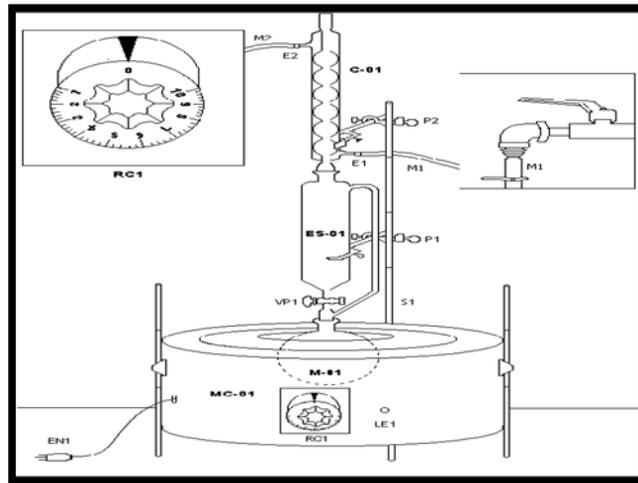


Figura N° 16 Diagrama del equipo de destilación con arrastre de vapor Tipo Soxhlet. (Armas y Corredor, 2007).

El equipo de extracción está constituido por el recipiente ES-01, en donde se introdujo la matriz vegetal (semillas de mango cortadas en pedazos previamente secadas), este recipiente posee una válvula (VP-1) que permite el paso del vapor como el líquido que se condensa, formando una mezcla entre el solvente y el extracto. En la parte superior del equipo se encuentra la sección de condensación formado por un condensador total (C-01) que cuenta con una entrada E1 y una salida E2 del refrigerante (agua) mediante las mangueras M1 y M2. En la parte inferior se encuentra la sección generadora de vapor formado por el balón (M-01), el cual puede ser de 500 o 1000 mililitros, donde se introdujo el solvente a utilizar, dicho balón se coloca en la manta de calentamiento (MC-01) que posee un regulador de la potencia (RC1) y una luz indicadora del encendido del equipo (LE1). Luego se fija el equipo a un soporte S1, con la finalidad de sostener y asegurar el mismo, con las pinzas P1 (Soxhlet) y P2 (Condensador).

Procedimiento Experimental

1. Se lavó y se secó el material de vidrio utilizado, evitando daños al equipo.
2. Se colocaron 50 gramos de las semillas de mango en el extractor tipo Soxhlet.
3. Se midió 150 mL de solvente con la ayuda de un cilindro graduado.

4. Se colocó en el balón (M-01), el solvente junto con 4 perlas de ebullición para mantener en constante movimiento el líquido a destilar y controlando así la formación de burbujas.
5. Se conectaron las mangueras de entrada y de salida del refrigerante en el condensador vertical. La manguera de entrada M1 en la parte inferior E1 y la de salida M2 en la parte superior E2. Se aseguraron las mangueras con arandelas para evitar fugas o desprendimientos por presión.
6. Se realizó el montaje del equipo, colocando el balón (M-01) sobre la manta de calentamiento (MC-01). Se acoplaron el extractor tipo Soxhlet (ES-01) con el balón (M-01). Se conectó el condensador vertical (C-01) con el extractor tipo Soxhlet (ES-01), y se sujetaron ambas piezas con las pinzas P1 y P2 al soporte S1.
7. Se abrió la llave de paso de refrigerante (agua) del condensador vertical (C-01). Teniendo precaución de no excederse en el paso de refrigerante para no generar la ruptura de la manguera por sobrepresión.
8. Se conectó y encendió la manta de calentamiento (MC-01), luego se fijó el porcentaje de potencia en un 40% para llegar a la temperatura de ebullición sin degradar los componentes de la matriz vegetal.
9. Se dejó operando el equipo durante 24 horas continuas para obtener una cantidad significativa del extracto.
10. Después de transcurridas las 24 horas, se apagó la manta de calentamiento (MC-01) y se cerró la llave de paso del refrigerante (agua). Se dejó enfriar por cierto tiempo, luego se desmontó el condensador vertical (C-01) y el extractor tipo Soxhlet (ES-01).
11. Se extrajeron las semillas del extractor tipo Soxhlet (ES-01) y se llevaron a la estufa durante 24 horas de secado.
12. Se almacenó el producto extraído en envases de color ámbar y refrigeraron para evitar su oxidación, para su posterior análisis.
13. Se pesaron las semillas y se calculó el rendimiento.
14. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.

15. Se repitió el procedimiento anterior para cada solvente.

Descripción del equipo de Hidrodestilación

El equipo de Hidrodestilación por arrastre de vapor es el que se presenta a continuación.

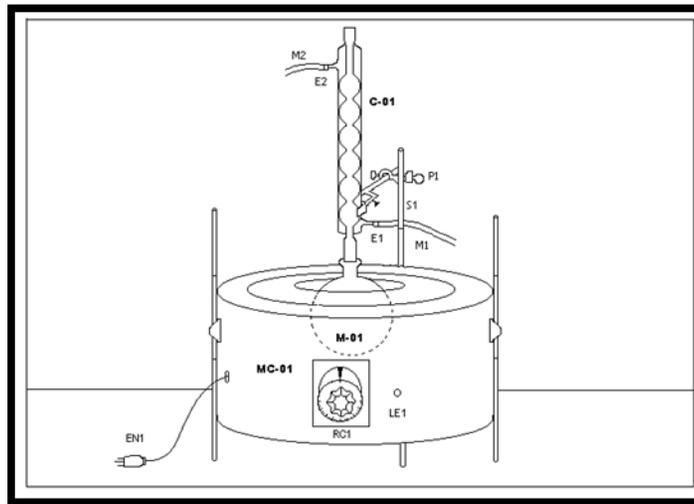


Figura N° 17 Diagrama del equipo de Hidrodestilación (Armas y Corredor, 2007).

El equipo de extracción de Hidrodestilación está constituido en la parte superior, por un condensador total (C-01) que cuenta con una entrada E1 y una salida E2 del refrigerante (agua) mediante las mangueras M1 y M2. En la parte inferior se encuentra la sección generadora de vapor formado por el balón (M-01), el cual puede ser de 500 mL o 1000 mL, donde se introdujo el solvente y las semillas de mango utilizadas, dicho balón se colocó en la manta de calentamiento (MC-01) que posee un regulador de potencia (RC1) y una luz indicadora del encendido del equipo (LE1). Luego se fijó el equipo a un soporte S1, con la finalidad de sostener y asegurar el mismo, con la pinza P1 (Condensador).

Procedimiento Experimental

1. Se lavó y se secó el material de vidrio utilizado, evitando daños al equipo.
2. Se colocaron 50 gramos de las semillas de mango en el balón (M-01).

3. Se midió 150 mL de solvente con la ayuda de un cilindro graduado.
4. Se colocó el solvente en el balón (M-01).
5. Se conectaron las mangueras de entrada y de salida del refrigerante en el condensador vertical. La manguera de entrada M1 en la parte inferior E1 y la de salida M2 en la parte superior E2. Se aseguraron las mangueras con arandelas para evitar fugas o desprendimientos por presión.
6. Se realizó el montaje del equipo, colocando el balón (M-01) sobre la manta de calentamiento (MC-01). Se conectó el condensador vertical (C-01) con el balón (M-01), y se sujetó el condensador con la pinza P1 al soporte S1.
7. Se abrió la llave de paso de refrigerante (agua) del condensador vertical (C-01). Teniendo precaución de no excederse en el paso de refrigerante para no generar la ruptura de la manguera por sobrepresión.
8. Se conectó y encendió la manta de calentamiento (MC-01), luego se fijó el porcentaje de potencia en un 40% para llegar a la temperatura de ebullición sin degradar los componentes de la matriz vegetal.
9. Se utilizó el mejor solvente obtenido en el equipo tipo Soxhlet.
10. Se dejó operando el equipo durante 24 horas continuas para obtener una cantidad significativa del extracto.
11. Después de transcurridas las 24 horas, se apagó la manta de calentamiento (MC-01) y se cerró la llave de paso del refrigerante (agua). Se dejó enfriar por cierto tiempo, luego se desmontó el condensador vertical (C-01)
12. Se extrajeron y se filtraron las semillas del balón (M-01), luego se llevaron a la estufa durante 24 horas de secado.
13. Se almacenó el producto extraído en envases de color ámbar y se refrigeraron para evitar su oxidación, para su posterior análisis
14. Se pesaron las semillas y se calculó el rendimiento.
15. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.

III.2.2.2. Extracción Asistida por Microondas

Descripción del equipo

El equipo de Microondas utilizado es el que se presenta a continuación.



Figura N°18 Equipo Microondas marca Sharp modelo R-520L (Bastidas, 2008).

El horno microondas marca Sharp, modelo R-520L, potencia de 1200 Watts y una frecuencia de 2450 MHz, fue utilizado para realizar las extracciones con la técnica de Extracción Asistida con Microondas, el cual posee una bandeja rotatoria de vidrio que ofrece una irradiación uniforme a través de la muestra. Además cuenta con un panel de control donde se manipula el tiempo de residencia y los niveles de potencia.

Procedimiento Experimental

1. Se lavó y se secó el material de vidrio a utilizar.
2. Se midió la cantidad 100 mL de solvente con la ayuda de un cilindro graduado y se introdujo en la fiola de 250 mL.
3. Se abrió la puerta del microondas.
4. Se colocó la fiola con el solvente dentro del microondas.
5. Se varió el tiempo de residencia en 5 segundos en el panel de control del equipo, hasta llegar al punto de ebullición del solvente (cuando se observaron las primeras burbujas de ebullición).
6. Se abrió la puerta del microondas.
7. Se extrajo la fiola contenida dentro del mismo.

8. Se colocaron 50 gramos de las semillas de mango en otra fiola de 250 mL.
9. Se midió la cantidad de 100 mL de solvente con la ayuda de un cilindro graduado y se introdujo en la fiola de 250 mL que contiene las semillas de mango.
10. Se abrió la puerta del microondas
11. Se colocó la fiola dentro del microondas.
12. Se cerró la puerta del microondas
13. Se colocó el tiempo de operación presionando los botones numéricos en el teclado del equipo microondas.
14. Se fijó la potencia de operación presionando el botón correspondiente en el teclado del equipo microondas.
15. Se presionó el botón START para iniciar el ciclo.
16. Una vez terminado el tiempo se abrió la puerta del equipo microondas.
17. Se retiró la muestra del microondas y se filtró.
18. Se llevaron las semillas a la estufa durante 24 horas de secado.
19. Se almacenó el producto extraído en envases de color ámbar y se refrigeraron para evitar su oxidación, para su posterior análisis.
20. Se pesaron las semillas y se calculó el rendimiento.
21. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.
22. Se repitió el procedimiento anterior a partir del paso 8 variando la potencia del equipo y la relación soluto/solvente.

III.2.2.3. Extracción Asistida por Ultrasonido

Descripción del equipo

El equipo de ultrasonido que se va a utilizar para el desarrollo de la técnica de Extracción Asistida con Ultrasonido es el que se muestra a continuación.



Figura N°19 Equipo de Ultrasonido marca Elmasonic modelo D-78224.

El equipo de ultrasonido es de marca Elmasonic, modelo D-78224 Singen/Htw y opera a una potencia de 500 Watts con una frecuencia de 60 Hz. Además posee una bandeja de acero inoxidable, un dispositivo donde se enciende y se apaga el equipo, un controlador de temperatura que va desde 30°C hasta 80°C y un controlador de tiempo de residencia que va desde 1 minuto hasta un tiempo ilimitado, usados para llevar a cabo las experiencias.

Procedimiento Experimental

1. Se lavó y se secó el material de vidrio a utilizar.
2. Se llenó el recipiente interno del equipo de ultrasonido con agua hasta $\frac{3}{4}$ partes de su nivel.
3. Se midió la cantidad de solvente obtenida en el proceso de Extracción Asistida por Microondas con la ayuda de un cilindro graduado y se introdujo en la fiola de 250 mL.
4. Se colocaron 50 gramos de las semillas de mango en la fiola de 250 mL.
5. Se utilizaron pequeños bloques de ladrillos a fin de colocar la fiola en un nivel superior y evitar que el líquido del equipo penetre en el interior de la misma.
6. Se colocó la fiola dentro del equipo de ultrasonido, encima de los bloques de ladrillos.

7. Se fijó el tiempo de residencia girando la perilla que se encuentra en el frente del equipo
8. Se fijó la temperatura de operación girando la perilla correspondiente a la temperatura que se encuentra en el frente del equipo.
9. Se presionó el botón START y se esperó a que se llevara a cabo el proceso de extracción.
10. Al culminar el proceso de extracción se retiró la muestra del equipo de ultrasonido y se filtró.
11. Se llevaron las semillas a la estufa durante 24 horas de secado.
12. Se almacenó el producto extraído en envases de color ámbar y se refrigeró para evitar su oxidación, para su posterior análisis.
13. Se pesaron las semillas y se calculó el rendimiento.
14. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.
15. Se repitió el procedimiento anterior variando la temperatura de operación en (30 y 60) °C y el tiempo de residencia en (10,20 y 45) minutos.

III.2.2.4. Extracción Supercrítica con CO₂

Descripción del equipo

El equipo esta constituido por tres secciones principales:

1. Sección de alimentación y presurización de CO₂.
2. Sección de extracción.
3. Sección de separación del solvente con el extracto.

La sección de alimentación está constituida por una bombona de dióxido de carbono (B-01) en estado líquido, a una presión de 900 psig (61,24 atm) y a 25°C aproximadamente. La bombona posee una válvula de aguja (V-01) que permite la alimentación de CO₂ líquido al sistema a través de una tubería de acero inoxidable 316 de ¼” de diámetro.

En la sección de presurización, se encuentra el presurizador (RP-01), con una capacidad de 2 litros, hecho de acero inoxidable para soportar altas presiones hasta

4500 psig (306,20 atm). Dicho recipiente está rodeado por una resistencia eléctrica de calentamiento de 4,5 Kw que posee un regulador e indicador de temperatura (TI-01).

El recipiente (RP-01), posee un manómetro de Bourdon (PI-01) para poder observar la presión del mismo. Para comunicar la sección de alimentación con la de presurización se tiene una válvula de aguja (V-02) y una válvula check ubicada en la entrada del recipiente de presurización (RP-01). En la salida del recipiente de presurización (RP-01) se encuentra la válvula (V-03) la cual permite el paso de CO₂ al equipo de extracción, adicionalmente cuenta con una válvula de alivio (V-04) con la finalidad de mantener la presión adecuada para la seguridad del sistema.

La sección de extracción consta de un reactor (RE-01) el cual soporta presiones hasta 3000 psig (204,14 atm) contenido en un recipiente de aluminio (R-01) de 700 mL de capacidad, además de poseer un sello hermético. En el tope del equipo se encuentra una válvula (V-05) que permite regular la entrada del gas y un manómetro de Bourdon (PI-02) que permite observar la presión del recipiente donde ocurre la extracción. La salida del reactor cuenta con una válvula (V-07) donde pasa el extracto con el solvente de la sección de extracción a la de separación, a través de una tubería de acero inoxidable 316 de ¼". El equipo cuenta con un sistema de venteo de dióxido de carbono al medio ambiente, mediante una válvula de alivio (V-06), manteniendo así la seguridad del proceso.

Por último, se tiene la sección de separación (SS-01), donde se recupera el extracto mediante una conexión con el equipo de extracción y ocurre la separación del CO₂ gaseoso. Esta parte del equipo se une a la sección de extracción mediante la conexión de la tubería de acero inoxidable 316 de ¼" a la válvula de salida (V-07) del equipo de extracción hacia el balón, donde se recupera el extracto y se libera el CO₂ al ambiente.

El equipo de Extracción con Fluido Supercrítico se muestra a continuación en la figura N°20.

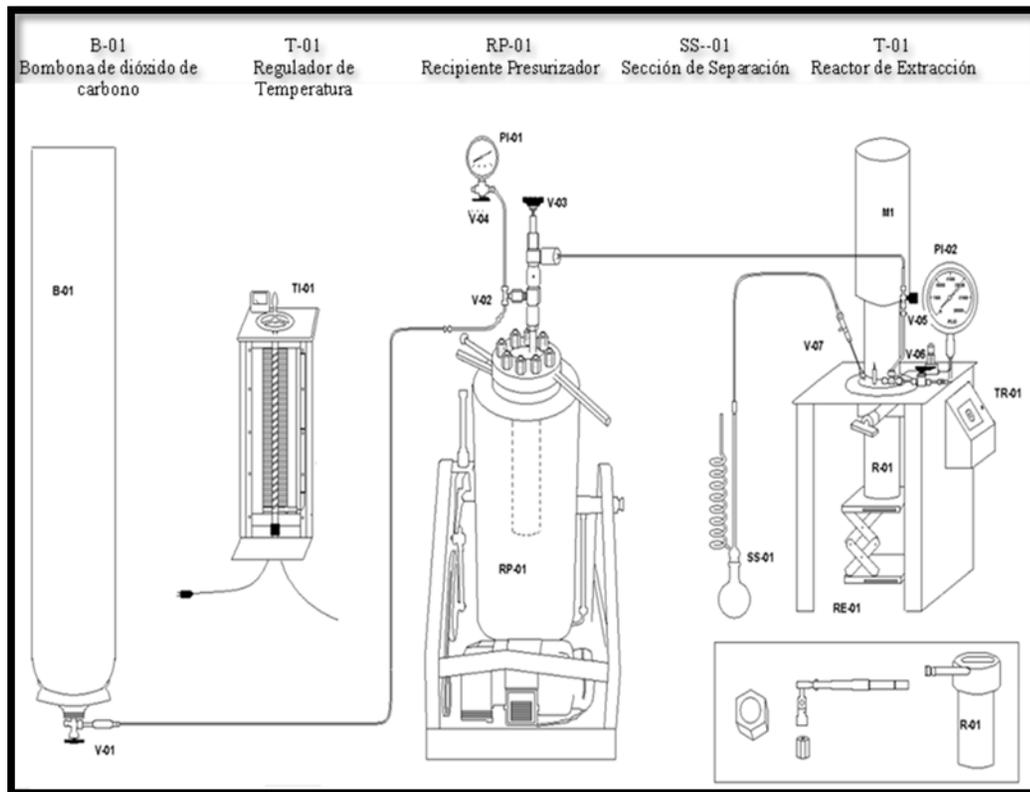


Figura N° 20 Diagrama del equipo de extracción con Fluido Supercrítico. (Casanova y Parrales, 2008).

Procedimiento Experimental

El proceso de extracción con fluido supercrítico requiere de un montaje riguroso y un alto control de las medidas de seguridad. El arreglo del equipo implica la correcta conexión de las tuberías, tanto de la bombona al recipiente de presurización, como del recipiente de presurización a la sección de alimentación y la correcta conexión del reactor y su respectivo sistema de seguridad (Zipper).

1. Se verificó que la bombona de dióxido de carbono estaba cerrada, revisando la válvula de aguja (V-01).
2. Se colocó en el interior del Recipiente Presurizador (RP-01) de 1 a 1,5 Kg de hielo seco.

3. Se aseguró la tapa del recipiente con las tuercas con la ayuda del Torquímetro, cerciorándose que el número que contiene la tuerca concuerde con el número de la tapa, para poder cerrarla y evitar daños al equipo.
4. Se verificó que la válvula de entrada (V-02), la válvula de salida (V-03) y la válvula de alivio (V-04) del recipiente presurizador estaban cerradas.
5. Se realizó la conexión de la tubería de acero 316 de ¼” de diámetro de la bombona de dióxido de carbono (B-01) al recipiente presurizador (RP-01) y de este a la sección de alimentación.
6. Se colocaron 50 gramos de semillas de mango secas en el interior del reactor (R-01) con una cantidad de solvente necesaria que cubría las mismas.
7. Se colocó el reactor (R-01) en el equipo (RE-01), mediante el uso de un soporte manipulando el tornillo sin fin y subirlo hasta sellarlo herméticamente con el dispositivo de seguridad (Zipper).
8. Se abrió la válvula de aguja (V-01) de la bombona de dióxido de carbono (B-01) y luego la válvula de entrada al recipiente de presurización (V-02) hasta que se estabilizó la presión en el interior del recipiente (RP-01), visualizándola en el manómetro de Bourdon (PI-01) hasta un valor de 1700 psig (115,67 atm).
9. Se cerró la válvula de aguja de la bombona de CO₂ (V-01).
10. Se abrió la válvula de salida (V-03) del recipiente presurizador (RP-01) y la válvula de entrada (V-05) al equipo de extracción (RE-01), verificando previamente que la válvula de salida (V-07) del recipiente de extracción (RE-01) y la válvula de alivio (V-06) se encontraban cerradas.
11. Se comprobó que no existen fugas en el sistema, agregando con una piceta agua con jabón alrededor de todas las conexiones de gas. La existencia de fugas se presentará físicamente con la generación de burbujas en los puntos de conexión.
12. Se esperó que se estabilizara la presión en el equipo, visualizándola en el manómetro de Bourdon (PI-02).
13. Se esperó 2 horas para que se llevara a cabo la extracción.

14. Se abrió la válvula de salida del recipiente de extracción (V-07) para sacar el extracto hacia el balón, el cual estaba sumergido en hielo para mantener la temperatura de extracción y evitar su vaporización.
15. Se descargó todo el contenido del equipo de extracción, hasta que la presión leída en los manómetros de Bourdon alcanzara un valor de 0 psig.
16. Se desmontó el reactor (R-01) del equipo de extracción, quitándole el dispositivo de seguridad (Zipper) y bajando el soporte con la ayuda del tornillo sin fin.
17. Se sacaron las semillas contenidas en el reactor.
18. Se llevaron las semillas a la estufa durante 24 horas de secado.
19. Se almacenó el producto extraído en envases de color ámbar y se refrigeraron para evitar su oxidación, para su posterior análisis.
20. Se pesaron las semillas y se calculó el rendimiento.
21. Se lavó el recipiente de extracción del equipo (R-01).
22. Se repitió el procedimiento variando la presión de operación en (1100, 1300 y 1700) psig.

III.2.3. Formación de Hidratos

Descripción del equipo

El equipo de formación de hidratos marca B. Braun, Frigomix 1495, está constituido por un termómetro, un conductímetro marca Thermo modelo RL060C y una recámara donde se almacena el agua de recirculación que funciona como medio de enfriamiento, este recipiente posee un controlador que permite fijar la temperatura, el cual se encuentra en la parte superior del equipo, del mismo sale una manguera que transporta el fluido hacia la sección del enfriador formado por un recipiente de vidrio que consta de una entrada y una salida del refrigerante (agua) mediante las mangueras conectadas tanto en la entrada como en la salida del recipiente de vidrio, en dicho recipiente se colocó la solución (agua destilada, THF hidratado y THF puro) para la formación del cristal, cabe destacar que en el recipiente de vidrio tanto el agua de enfriamiento como la solución que forma el cristal no están en contacto directo.

Procedimiento Experimental

1. Se lavó y se secó el material de vidrio a utilizado.
2. Se conectaron las mangueras de entrada y de salida del refrigerante en el recipiente de vidrio y se aseguraron con arandelas para evitar fugas.
3. Se encendió el equipo de enfriamiento y el controlador de temperatura.
4. Se fijó una temperatura de -10°C en el controlador de temperatura.
5. Se dejó operando el equipo durante 1 hora para que la temperatura en la recámara alcanzara la temperatura fijada en el controlador.
6. Se midieron 50 mL de agua destilada con la ayuda de un cilindro graduado.
7. Luego de transcurrir el tiempo fijado de 1 hora, se agregó el agua destilada en el recipiente de vidrio.
8. Cada 30 segundos se midió la conductividad con la ayuda del conductímetro y la temperatura con el termómetro.
9. Se esperó la formación del cristal en el recipiente de vidrio.
10. Al haberse estabilizado la conductividad de la mezcla se procedió al desmontaje del equipo.
11. Por último se graficó la conductividad en función del tiempo.
12. Luego se repitieron los pasos del 1 al 5 y del 7 al 11, en el paso 6 se preparó la solución de 50 mL de THF hidratado al 50% y THF puro. Para el caso del THF hidratado al 50% se añadió el inhibidor (10 mL de Metanol o 10 mL de Extracto de Mango) luego del paso 9, observando su comportamiento.
13. Se lavó todo el equipo de vidrio utilizado.

III.3. MATERIALES

Los materiales utilizados en este Trabajo Especial de Grado se listan a continuación.

- Semillas de mango.
- Espátula de acero inoxidable.
- Capsulas de Petri.
- Fiolas de 250 mL.

- Beakers de 100 mL.
- Beakers de 250 mL.
- Pipetas de 10 mL.
- Cilindros graduados de 50 mL.
- Perlas de ebullición.
- Balones aforados de 250 mL y 500 mL.
- Pera de succión.
- Embudo de vidrio para filtrado.
- Papel de filtro.
- Estufa de secado.
- Picetas.
- Solventes (agua, etanol, metanol, hexano, ciclohexano, propanol, butanol).
- Tetrahidrofurano (THF).
- Frascos de color ámbar de recolección de muestras de 15 mL.
- Balanza marca Adventurer.
- Hielo seco.
- Dióxido de carbono (CO₂).
- Guantes.
- Mascarillas.
- Tijeras.
- Etiquetas.
- Marcadores.
- Torquímetro.
- Termómetro.
- Llaves ajustables.

CAPÍTULO IV

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En esta sección se presentan los resultados obtenidos luego de aplicar las diferentes técnicas para extraer la pectina contenida en la semilla de Mango con su respectivo análisis y discusión, y su uso como inhibidor en la formación de hidratos, evaluando las condiciones de trabajo y demostrando así el logro de los objetivos planteados en este Trabajo Especial de Grado.

IV.1. EVALUACIÓN PRELIMINAR

Para el desarrollo del presente Trabajo Especial de Grado, la materia vegetal que se utilizó fue el Mango tipo Bocado o de Jardín, el cual fue adquirido en el Mercado de Coche ubicado en la Ciudad de Caracas. La fruta empleada se encontraba en estado de maduración completa, fue pelada, despulpada y finalmente descascarada para obtener la semilla, la misma fue cortada en tamaños iguales (un octavo del tamaño total de la semilla).

A continuación, en la tabla N°4, se presentan las características organolépticas de la materia vegetal.

Tabla N°4 Características Organolépticas de la Materia Vegetal.

Propiedad de la Materia vegetal	Característica de la Materia vegetal
Forma	Ovoide-Oblonga
Tamaño y Peso	4 cm de largo y aproximadamente 20 g
Color	Amarillo pálido con algunas tonalidades rosa
Sabor	Amargo y Aromático

Se realizaron dos (2) pruebas preliminares con el equipo de extracción tipo Soxhlet, usando como solvente propanol con el fin de determinar el estado óptimo de humedad de las semillas para la extracción de la pectina. A continuación se presenta la Tabla N°5, con los resultados generados, basándose en el rendimiento del extracto utilizando propanol como solvente.

Tabla N°5 Rendimiento del Estado de la Semilla con propanol como Solvente en el Equipo Tipo Soxhlet.

Estado de las Semillas	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
Secas	22,36
Sin Secar	17,37

Se puede observar en la Tabla N°5, que el mayor valor de rendimiento lo presentan las semillas secas (las cuales fueron colocadas en la estufa durante 24 horas a una temperatura de 60° C para el proceso de secado), utilizando el equipo de extracción tipo Soxhlet. Además se puede apreciar que existe casi un 5% p/p, de diferencia por encima del valor porcentual respecto al estado húmedo, esta diferencia significativa indicó que el estado de las semillas para la extracción de la pectina debe ser seca, a través de las diferentes técnicas de extracción tanto Convencionales como No Convencionales aplicadas en este Trabajo Especial de Grado.

IV.2. CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

La caracterización fisicoquímica de los solventes empleados se basó en la medición de la diferencia de densidades de las muestras obtenidas con los diferentes solventes empleados mediante el uso del picnómetro.

En la Tabla N°6, se presentan las características físicas y la densidad, tanto del solvente puro como del extracto obtenido a través del extractor tipo Soxhlet usando los distintos solventes seleccionados.

Tabla N°6 Caracterización Físicoquímica de los Solventes Utilizados.

Solvente	Características del Solvente	Densidad del Solvente (g/cm ³) ± 0,001	Características del Extracto	Densidad del Extracto (g/cm ³) ± 0,001	Diferencia de Densidad (g/cm ³) ± 0,001
Agua	Incoloro, líquido	1,000	Líquido marrón oscuro	1,008	0,008
Butanol	Incoloro, líquido	0,810	Líquido marrón claro	0,816	0,006
Ciclohexano	Incoloro, líquido	0,800	Líquido amarillo claro	0,805	0,005
Etanol	Incoloro, líquido	0,789	Líquido marrón claro	0,821	0,032
Hexano	Incoloro, líquido	0,660	Líquido amarillo claro	0,668	0,008
Metanol	Incoloro, líquido	0,792	Líquido marrón claro	0,830	0,038
Propanol	Incoloro, líquido	0,803	Líquido marrón claro	0,812	0,009

En la Tabla N°6, se presentan los valores de densidad arrojados para cada solvente empleado en la extracción tipo Soxhlet. Se puede observar que la mayor diferencia entre la densidad del solvente puro y el extracto se presentó en las extracciones donde se utilizó etanol y metanol, siendo el metanol el que obtuvo una mayor diferencia entre la densidad del solvente y la densidad del extracto. La mayoría de los componentes contenidos en el interior de la semilla tienen densidades superiores a la de los alcoholes, por lo cual al extraerlos aumenta la densidad promedio de la mezcla, por ende se demostró la extracción de componentes más

denso. Por otro lado, el butanol y el propanol presentan comportamientos distintos al metanol y etanol, en cuanto a la densidad promedio del extracto, esto se debe a que por poseer un tamaño de molécula mayor, les impide extraer los compuestos más densos de la materia vegetal.

En la Figura N°21, se presenta el conjunto de muestras resultantes de la extracción con el equipo Soxhlet empleando diferentes solventes.



Figura N°21 Conjunto de Muestras Resultantes de la Extracción con el Equipo Tipo Soxhlet con diferentes solventes.

En la Figura N°21, se puede observar la presencia de precipitados en las extracciones donde se utilizó alcohol como solvente, mientras que en las muestras donde se emplearon el hexano y el ciclohexano como solventes no se observó ningún cambio. La existencia de dos fases (fase rica en solvente y fase rica en ácidos grasos) en las muestras se debe al uso de solventes polares debido al grupo funcional hidroxilo que origina la solidificación de los ácidos grasos contenidos en la muestra a temperatura ambiente, lo cual no sucede con los solventes no polares como el hexano y el ciclohexano que generan una sola fase rica en solvente.

IV.3. ANÁLISIS DE RENDIMIENTO

El análisis de rendimiento se basó en la diferencia de masa entre el estado previo a la extracción y el estado luego de haberse realizado la misma y secado la materia vegetal.

Aplicando la técnica de extracción por arrastre con vapor empleando el equipo tipo Soxhlet, se llevó a cabo el primer análisis de rendimiento donde se seleccionó el mejor solvente a través del mayor valor de rendimiento obtenido. A continuación se presenta la Tabla N°7, con los solventes empleados y sus respectivos valores de rendimiento.

Tabla N°7 Valores de Rendimiento de los Solventes Utilizados en el Equipo Tipo Soxhlet.

Solvente	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
Agua	9,06
Butanol	9,74
Ciclohexano	6,51
Etanol	22,45
Hexano	9,45
Metanol	25,42
Propanol	22,36

En la Tabla N°7, se observó que los mayores valores de rendimiento se obtuvieron con el uso de metanol, etanol y propanol como solvente en esta técnica. Además, cabe destacar que en el uso de alcoholes como solvente, a medida que disminuye su peso molecular, mayor es el valor de rendimiento obtenido, debido a que al disminuir la complejidad de la molécula del alcohol, mejor será la penetración del solvente a través de la pared celular de la materia vegetal, permitiendo extraer mayor cantidad de compuestos.

Comparando los valores de rendimiento respecto a los valores de diferencia de densidad ya analizados, se puede observar que el propanol presenta un valor de densidad menor a los valores de densidad presentados por el metanol y el etanol,

mientras que se presenta un valor de rendimiento cercano entre el etanol y el propanol, debido a la complejidad de la molécula y su similitud en cuanto a su grupo funcional.

El mayor valor de rendimiento empleando metanol, se debe a la afinidad de este respecto a las cadenas de los compuestos de interés extraídos, lo cual se traduce en mayor cantidad de producto, por lo cual fue el solvente seleccionado para realizar las diferentes técnicas de extracción utilizadas en este Trabajo Especial de Grado.

A continuación se presenta la Tabla N°8, aplicando la técnica de Hidrodestilación utilizando como solvente metanol.

Tabla N°8 Valor de Rendimiento en el Equipo de Hidrodestilación.

Solvente	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
Metanol	19,72

En la Tabla N°8, se presenta el valor del porcentaje de rendimiento obtenido aplicando la técnica de Hidrodestilación, el cual se esperaba fuese un valor cercano al valor obtenido en la técnica de extracción tipo Soxhlet por sus semejanzas en cuanto al fundamento de la técnica. Este valor presentado es menor al valor obtenido en la técnica anterior, ya que en esta técnica el solvente está en contacto directo con la muestra, lo que hace que las altas temperaturas degraden compuestos de interés más rápidamente que en la técnica de arrastre con vapor empleando el equipo Soxhlet, donde la materia vegetal no se encuentra en contacto directo con el solvente en el intercambio de masa.

En la técnica de Extracción Asistida por Microondas se evaluó el tiempo en que el solvente (metano), llega al punto de ebullición, momento en el cual comenzaron a aparecer las primeras burbujas de vapor en el solvente variando el tiempo de residencia con una potencia de 100%, dando como resultado un valor de 23 segundos de interacción en el equipo microondas, debido a la rápida transferencia de calor que se lleva a cabo por las dos interacciones básicas moleculares, disipación de energía por conductividad térmica y disipación de energía por rotación de dipolo.

Seguidamente, se procedió a evaluar la relación soluto/solvente de trabajo fijada, las cuales fueron la relación 1:2 y 1:5, con una potencia de 100% de operación del equipo de Extracción Asistida por Microondas para mantener condiciones de operación y el tiempo de residencia fijo de 23 segundos. A continuación se presenta la Tabla N°9, en donde se puede observar los valores porcentuales de rendimiento obtenidos para cada relación de trabajo.

Tabla N°9 Valores de Rendimiento para las relaciones soluto/solvente en el Equipo de Microondas con 100% de Potencia.

Relación Soluta/Solvente	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
1:2	6,29
1:5	5,89

En la Tabla N°9, se puede observar que en la relación Soluta/Solvente 1:2 existe un mayor rendimiento que en la relación Soluta/Solvente 1:5, es decir, que a menor relación Soluta/Solvente mayor es el rendimiento, esto se debe a que la velocidad de transferencia de masa en esta relación es directamente proporcional a la concentración de la muestra, conservando una misma masa de soluto.

Una vez establecida la relación soluto/solvente de operación y teniendo el solvente seleccionado se procedió a variar la potencia de trabajo desde un 100% hasta 0% manteniendo constante el tiempo de residencia para evaluar el rendimiento del extracto obtenido. A continuación se presenta la Figura N°22, donde se pueden observar los valores de porcentaje de rendimiento para cada potencia de trabajo en el equipo de Extracción Asistida por Microondas usando metanol como solvente y un tiempo de residencia de 23 segundos.

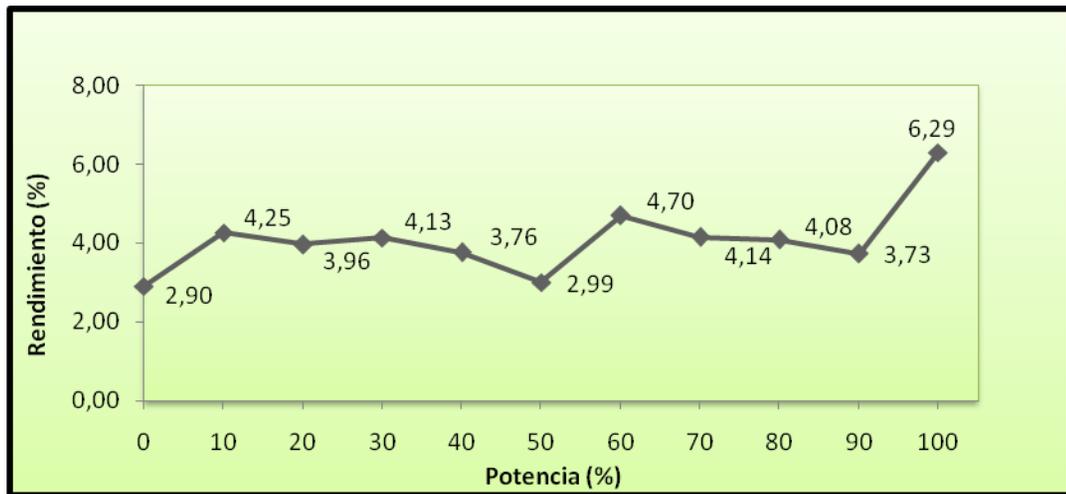


Figura N°22 Valores de Rendimiento para cada Potencia en el Equipo de Microondas.

En la Figura N°22, se puede observar que para el solvente empleado y un tiempo de residencia fijo el mayor valor de rendimiento se obtuvo usando una potencia del 100% de trabajo, la cual supera en más de 1% a su valor más cercano, esto se debe a que las energías disipadas en el proceso de extracción en el interior del microondas causan mayor transferencia de energía a la materia vegetal elevando su temperatura, la velocidad de transferencia de masa se ve afectada proporcionalmente por la concentración y la difusividad del compuesto es inversamente proporcional a la viscosidad, para el resto de las potencias empleadas en el Equipo de Extracción Asistida por Microondas, se puede observar que el rendimiento tiene un comportamiento casi constante si se consideran los errores asociados a la medición de la masa, medición y trasvase de solvente, por lo cual el rendimiento es independiente de la potencia entre 0% y 90%.

En la técnica de Extracción Asistida por Ultrasonido se empleó el solvente escogido en la técnica de Extracción por arrastre de vapor con el equipo tipo Soxhlet (metanol), la relación soluto/solvente (1:2) resultante en la técnica de Extracción Asistida por Microondas y se procedió a escoger el tiempo de residencia y la temperatura de operación basados en el rendimiento del extracto obtenido variando estas condiciones. Se realizaron experimentos a 30° C y 60° C con tiempos de

residencia de 10, 20 y 45 minutos obteniéndose los resultados mostrados en la Figura N°23.

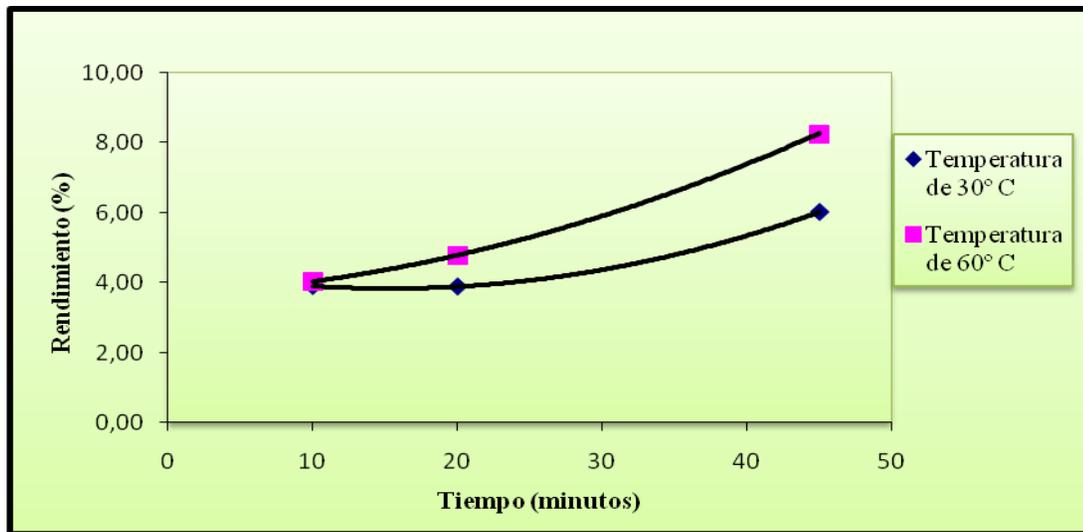


Figura N°23 Valores de Rendimiento en el Equipo de Ultrasonido variando Temperatura y Tiempo.

En la Figura N°23, se puede observar que bajo una misma temperatura de operación la tasa de rendimiento es directamente proporcional al tiempo de operación en el equipo de Extracción Asistida por Ultrasonidos, adicionalmente es notorio que a un mismo tiempo de operación la tasa de rendimiento porcentual se ve favorecida a mayor temperatura por la facilidad de la ruptura de las paredes celulares por las microexplosiones provocadas por la acción de expansión/compresión generada por el equipo a nivel molecular, en otras palabras, a mayor temperatura y mayor tiempo de operación, mayor es el rendimiento del extracto obtenido.

En la Extracción con Fluido Supercrítico, se estudió previamente el estado de la semilla, debido a que esta técnica es novedosa para la extracción de la pectina contenida en la semilla de mango y no existen antecedentes acerca del estado en que se debía procesar la materia vegetal, por lo cual se hizo comparación en función del rendimiento resultante utilizando dióxido de carbono como solvente y metanol como co-solvente ya que fue el solvente que arrojó mayor valor porcentual de rendimiento en el equipo de Extracción por arrastre con vapor. A continuación se presenta la

Tabla N°10, donde se presentan las condiciones de las pruebas con Fluido en estado Supercrítico para seleccionar el estado de las semillas a utilizar.

Tabla N°10 Valores de Rendimiento en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico a Presión de 1700 psig. con Tiempo de 2 horas empleando Metanol como Co-Solvente.

Estado	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
Semillas Secas	6,45
Semillas Sin Secar	4,52

En la Tabla N°10, se resaltan las condiciones de operación para las pruebas estándar, cabe destacar que el mayor rendimiento lo presenta la prueba con semillas previamente secadas en la estufa durante un tiempo de 24 horas, manteniendo constante el tiempo y la presión de operación, usando el solvente y co-solvente ya mencionados, por lo cual se realizaron las pruebas con Fluido en estado Supercrítico con las semillas secas conservando el tiempo de operación de dos (2) horas y variando únicamente la presión de operación (1100, 1300 y 1700) psig. Seguidamente se presenta la Tabla N°11, con los valores de porcentaje de rendimiento arrojados en esta técnica de extracción empleando semillas en estado seco.

Tabla N°11 Valores de Rendimiento en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico a Diferentes Presiones empleando Metanol como Co-Solvente.

Presión (psig)	Rendimiento (% p/p) \pm 0,01
1100	3,46
1300	5,74
1700	6,45

En la Tabla N°11, se muestran los valores de rendimiento a distintas presiones de operación, manteniendo constante el tiempo de residencia en el equipo de extracción, haciendo uso del mismo solvente y co-solvente anterior. Los valores porcentuales de rendimiento calculados, indican que a medida que aumenta la presión

de operación, se incrementa el valor de rendimiento, debido a que la difusividad es directamente proporcional a la presión de operación, según los modelos de transferencia de masa, lo que se ve reflejado de manera proporcional en la velocidad de transferencia de masa (Welty et al., 1998). Por lo cual la presión de operación óptima seleccionada para llevar a cabo el proceso de extracción es de 1700 psig.

Finalmente, se realizó el análisis comparativo a través del estudio de rendimiento con los mayores valores obtenidos de cada una de las diferentes técnicas de extracción aplicadas en el presente Trabajo Especial de Grado. A continuación se presenta la Tabla N°12, con la técnica de extracción, solvente y co-solvente para la Extracción con Fluido Supercrítico y el mayor valor de rendimiento de cada una de las técnicas.

Tabla N°12 Valores de Rendimiento en las Técnicas de Extracción Aplicadas usando Metanol como Solvente.

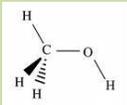
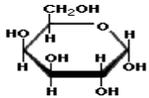
Técnica	Solvente/Co-Solvente	Rendimiento (% p/p) ± 0,01
Arrastre con vapor (Equipo Soxhlet)	Metanol	25,42
Hidrodestilación		19,72
Extracción Asistida por Microondas		6,29
Extracción Asistida por Ultrasonido		8,26
Extracción con Fluido Supercrítico	Dióxido de Carbono / Metanol	6,45

En la Tabla N°12, se observa que los valores de mayor rendimiento corresponden a las técnicas de Extracción convencional, siendo la mejor de éstas, la técnica de arrastre con vapor empleando el equipo de extracción tipo Soxhlet con una diferencia de 5,70 % con respecto a la técnica de Hidrodestilación, debido a que la técnica por arrastre con vapor no se encuentra en contacto directo con el solvente y se degradan menos compuestos de interés con el incremento de la temperatura de operación.

IV.4. ANÁLISIS QUÍMICO DE LAS MUESTRAS OBTENIDAS

En la presente sección del Trabajo Especial de Grado, se procede a analizar los grupos funcionales más resaltantes contenidos en las muestras obtenidas, mediante la técnica de caracterización por espectroscopia de infrarrojo. Inicialmente es necesario conocer la región del espectro donde se encuentra cada grupo funcional característico, para ello se cuenta con la Tabla N°13, donde se puede apreciar tanto la región de los grupos funcionales como la de la huella dactilar.

Tabla N°13 Regiones de los espectros infrarrojos de los compuestos más importantes contenidos en la Semilla de Mango (UniOvi, 2010).

Nombre	Estructura Molecular	Compuesto Característico	Enlace Específico	Región del Espectro Infrarrojo (cm ⁻¹)
Metanol		Alcohol	C-O	1300 – 1000
			O-H	3650 – 3200
Metilo General	$R-CH_3$	Alquilo	C-H	2925 – 2850
Azúcares	 Galactosa	Aldehído	C=O	1740 – 1720
Pectina	$R-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}-OH$	Ácido Carboxílico esterificado	C=O	1735 – 1700
Fenol		Alcohol	C-O	1200
Ésteres	$R-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}-O-R$	Éster	C=O	1750 – 1735
			C-O	1300 – 1000

En la Tabla N°13, se muestran los valores de la longitud del espectro infrarrojo característico para los grupos funcionales de cada compuesto de interés en las muestras analizadas. Se puede verificar que los azúcares, la pectina y los ésteres derivados del enlace doble entre el carbono y el oxígeno (C=O), se encuentran en un rango cercano del espectro infrarrojo entre 1800 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} . Adicionalmente, el fenol, el metanol y los ésteres en la huella dactilar derivados del enlace simple entre el carbono y el oxígeno (C-O), se encuentran en la región del espectro infrarrojo comprendida entre 1300 cm^{-1} y 1100 cm^{-1} , por lo tanto estas son las dos zonas de interés en el análisis de las muestras obtenidas durante el desarrollo del presente trabajo.

Seguidamente en la Figura N°24, se muestra el espectro infrarrojo del metanol puro.

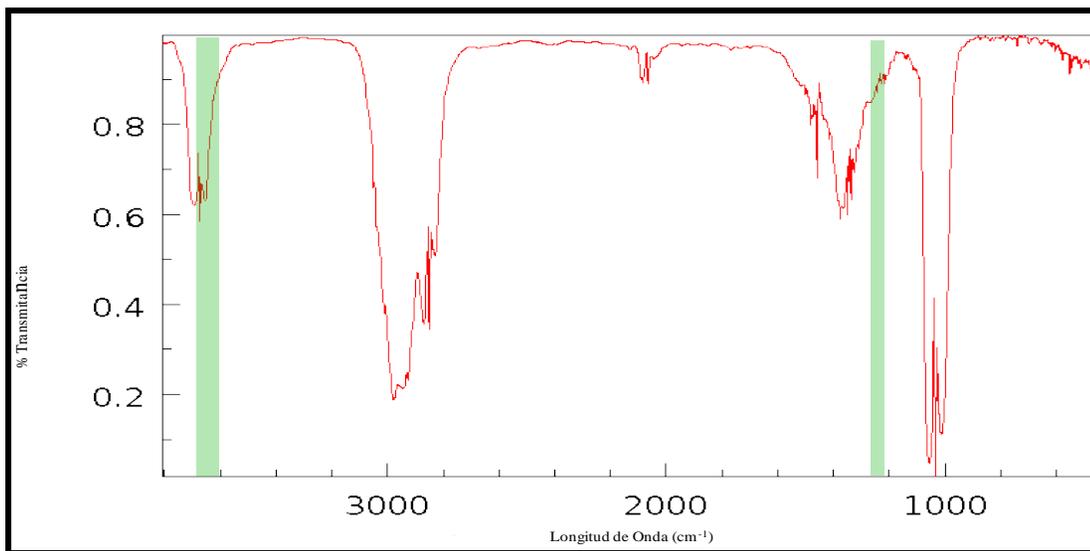


Figura N°24 Espectro Infrarrojo del Metanol (NIST Chemistry WebBook, 2008).

En la Figura N°24 se pueden observar el espectro infrarrojo de metanol puro, el cual fue el solvente escogido a través del análisis por rendimiento para realizar la extracción de la pectina contenida en la semilla de mango. Además, se resalta el ancho de banda del grupo funcional característico del enlace entre el oxígeno y el hidrógeno (O-H), el cual se encuentra en la región comprendida entre 3650 cm^{-1} y

3200 cm^{-1} y el enlace entre el carbono y el oxígeno (C-O) en la región de la huella dactilar comprendida entre 1300 cm^{-1} y 1000 cm^{-1} .

A continuación se muestra la Figura N°25, en donde se comparan los espectros infrarrojos de la Pectina Comercial, el Extracto de los componentes de la semilla contenida en el Mango a través de la técnica de arrastre con vapor y el de la Glucosa.

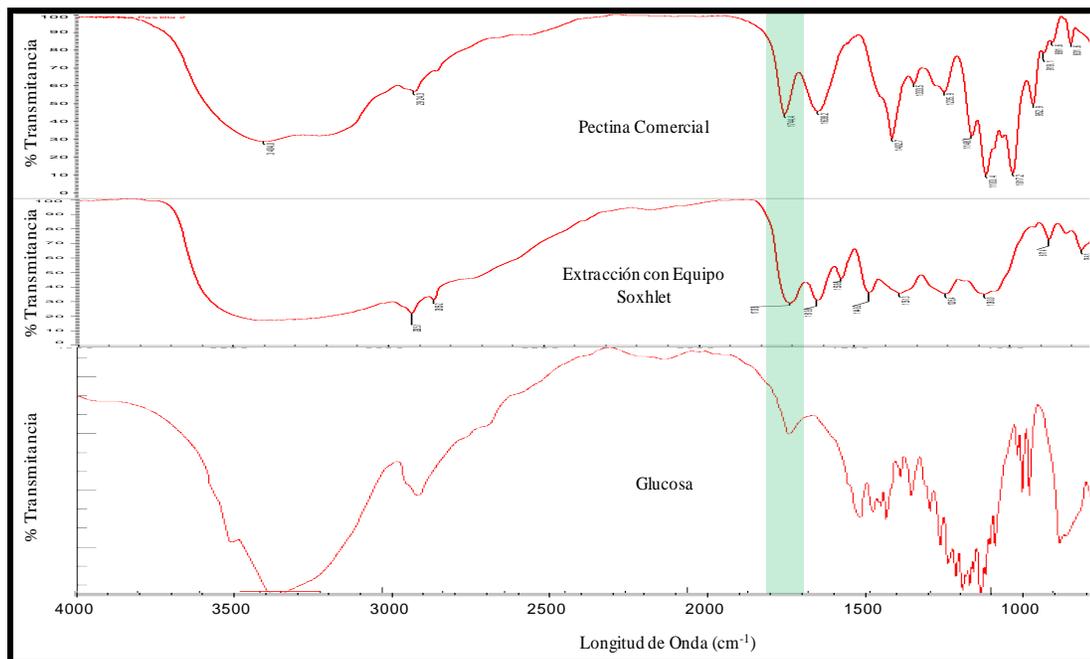


Figura N°25 Espectro Infrarrojo de la Pectina Comercial, del extracto obtenido a través del equipo Tipo Soxhlet y de la Glucosa (NIST Chemistry WebBook, 2008).

En la Figura N°25 se presentan los espectros infrarrojos de la pectina comercial, del extracto obtenido a través del equipo Soxhlet y de la Glucosa. Se resalta el ancho de banda del grupo funcional característico de cada compuesto, en este caso los picos de los ácidos carboxílicos esterificados y la cetonas se localizan en el mismo ancho de banda comprendida entre 1800 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} por lo cual los picos tienden a solaparse en el espectro infrarrojo del extracto obtenido.

Seguidamente, se procede analizar la Figura N°26, los espectros infrarrojos de las técnicas de extracción aplicadas, los cuales se comparan con el espectro infrarrojo de la pectina comercial de frutas.

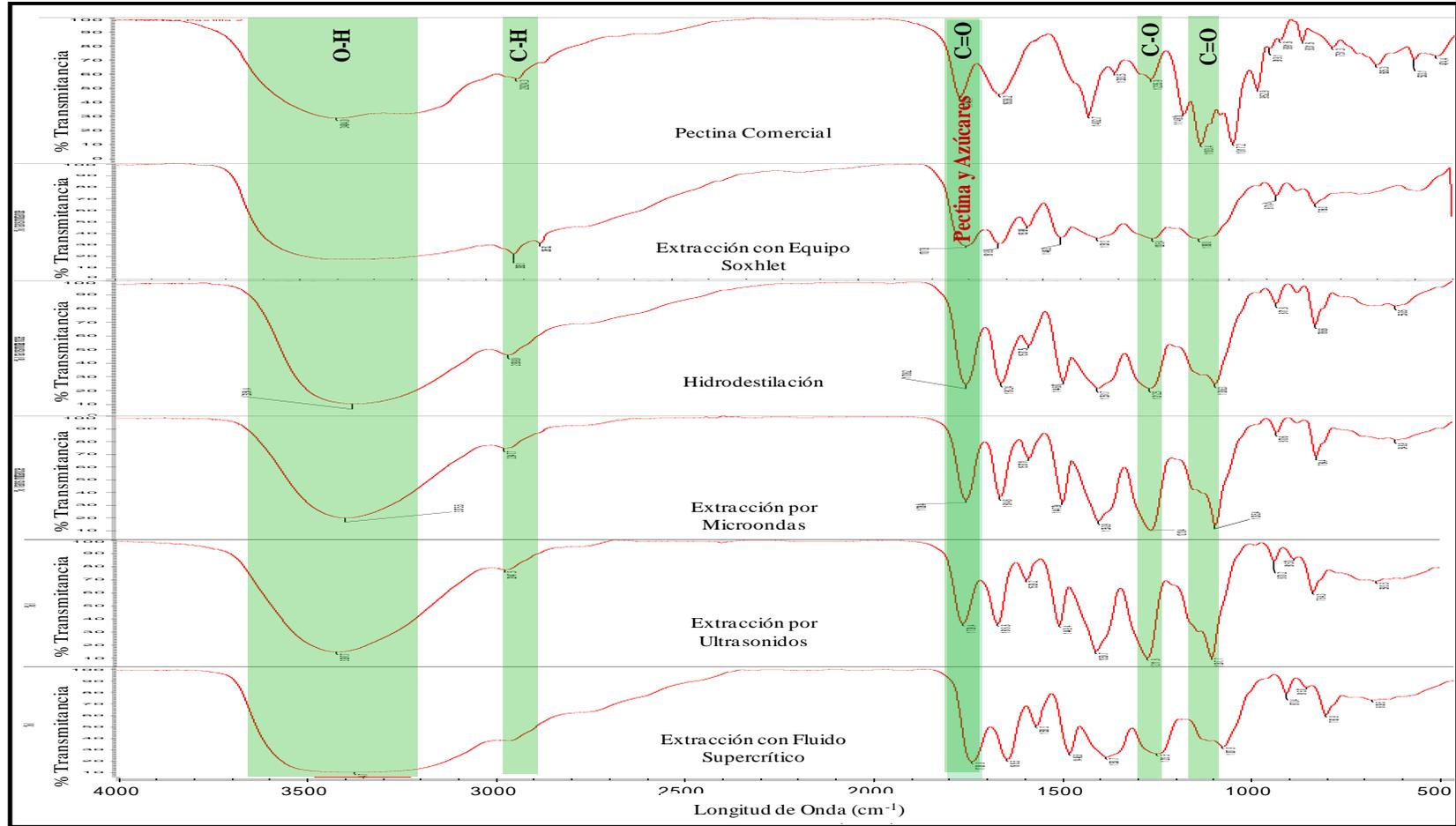


Figura N°26 Comparación del Espectro Infrarrojo de la Pectina Comercial con la Pectina Obtenida en las Diferentes Técnicas Aplicadas.

En la Figura N°26, se muestran los espectros infrarrojos obtenidos en cada una de las técnicas analizadas, comparándolas con el espectro infrarrojo de la pectina comercial, donde se resalta el pico característico para el grupo funcional de los ácidos carboxílicos esterificados, denotado por el pico cuyo valor se encuentra en el ancho de banda entre de 1735 cm^{-1} y 1700 cm^{-1} de longitud de onda, el cual se encuentra en el rango establecido para este tipo de compuestos. Además, en el rango donde se encuentra este pico, se denota la posible presencia de azúcares en la muestra analizada si se toma en cuenta el desplazamiento o solapamiento de picos por los grupos funcionales y sus semejanzas en energía de absorción y vibración a esa longitud de onda. Constantemente puede observarse solapamiento o desplazamiento de los picos respecto a los esperados con la muestra patrón caracterizada, estos fenómenos pueden atribuirse a los siguientes factores:

- En el caso en que la vibración molecular de dos enlaces posean energía similar puede existir solapamiento o sobreposición de los picos.
- En el caso en que las concentraciones de las muestras varíen la longitud de onda bajo la cual el enlace molecular es caracterizado por lo cual puede haber un desplazamiento del rango en la intensidad de absorción.
- En el caso en que la energía de absorción molecular sea débil por lo que resulta difícil detectarla (Higson, 2007).

Las bandas comprendidas entre 3650 cm^{-1} y 3200 cm^{-1} denota la posible presencia de enlaces hidroxilo (O-H) y su huella dactilar en el enlace carbono y oxígeno (C-O) en un rango comprendido entre 1300 cm^{-1} y 1000 cm^{-1} indica la presencia de metanol y de compuestos fenólicos en la muestra.

En cuanto a los grupos funcionales alquilos, denotados por el enlace entre el carbono y el hidrógeno (C-H), se observa la presencia de metilo en los picos cuyo rango de longitud de onda se encuentra comprendido entre 2925 cm^{-1} y 2850 cm^{-1} . Por último, se denota la presencia de ésteres debido al pico cuyo valor de longitud de onda se encuentra comprendido entre 1300 cm^{-1} y 1000 cm^{-1} , en la región de la huella dactilar.

Debido a que esta es una técnica de análisis químico cualitativa, no puede estimarse la cantidad de pectina contenida en el extracto e indicar la mejor técnica de extracción a través de la caracterización por espectroscopia de infrarrojo. Además se puede observar que las curvas de porcentaje (%) de Transmitancia en función de la longitud de onda de las técnicas de extracción utilizadas, tienen un comportamiento similar a lo largo del espectro de infrarrojo, apreciándose así los picos de grupos funcionales y de su huella dactilar de los compuestos de interés anteriormente analizados.

IV.5. COMPARACIÓN DE LAS TÉCNICAS DE EXTRACCIÓN

Las técnicas de extracción empleadas presentan distintos comportamientos, los cuales dependen de los factores de operación a las que cada muestra es sometida para que se lleve a cabo el proceso de extracción, llámese temperatura, presión, tiempo, potencia y solvente utilizado.

Basándose en el porcentaje de rendimiento obtenido de las muestras, se logra inferir que la mejor técnica de extracción usando como solvente metanol, es la extracción de arrastre con vapor tipo Soxhlet, arrojando un valor de 25,42%, el cual se puede observar en la Tabla N° 12.

En cuanto al análisis químico con espectroscopia de infrarrojo, no se puede indicar la mejor técnica empleada para la extracción de la pectina debido a que su grupo funcional característico está solapado con el de los azúcares, con lo cual solo se puede afirmar la presencia de la misma pero no puede ser cuantificada.

El análisis químico no es representativo, por lo cual el análisis de rendimiento establece que la mejor técnica de extracción de pectina contenida en la semilla de mango es la de arrastre con vapor tipo Soxhlet usando metanol como solvente.

IV.6. ANÁLISIS ALTERNOS

IV.6.1. Uso de la Pectina como Inhibidor en la formación de hidratos

En esta sección, se presenta el análisis del comportamiento de la conductividad en función del tiempo para la formación de hidratos y la evaluación de

la funcionalidad del extracto de la pectina contenido en la semilla del mango como inhibidor de los mismos. Se realizaron cuatro (4) experiencias, utilizando agua destilada, Tetrahidrofurano (THF) puro, cabe destacar que los valores de conductividad para este compuesto se salen del rango de evaluación, el comportamiento de su conductividad puede ser observada en el Anexo E Figura N°44 y dos (2) experiencias con THF hidratado al 50% v/v en donde se utilizó extracto de mango y metanol puro, con la finalidad de establecer su funcionalidad como inhibidor en la reacción de formación de hidratos. Seguidamente se muestra en la Figura N°27, de la Conductividad en función del tiempo.

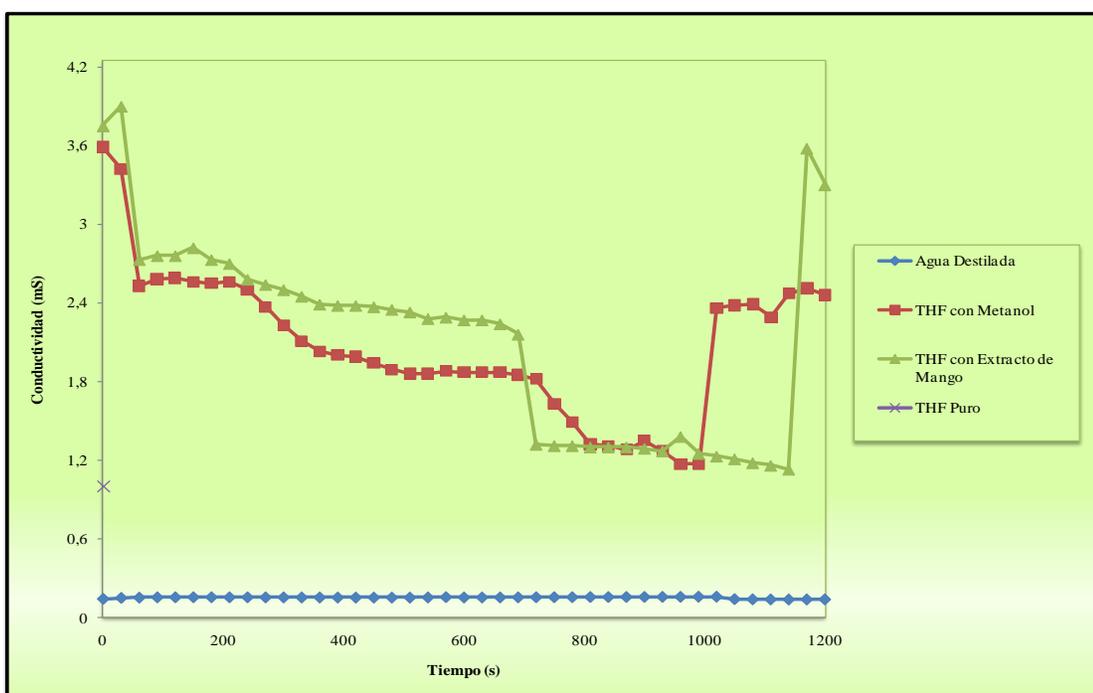


Figura N°27 Conductividad en Función del Tiempo.

En la Figura N°27, se observa que en la curva correspondiente al agua destilada no se observa un cambio significativo en la conductividad a pesar de haberse formado los cristales en un tiempo de 540 segundos. Para el caso en que se utilizó THF hidratado en 50% v/v se observa una descendencia significativa en la conductividad, esto se debe a que al formarse los cristales aumenta la densidad, la

viscosidad y por ende disminuye la posibilidad de los iones en migrar de un punto a otro. En cuanto al THF puro, no cambió de estado líquido a sólido, debido a que el mismo no tiene un contenido de agua que cristalice en el proceso, por lo cual no se generó el cambio de fase esperado y se mantuvo la conductividad constante.

En la experiencia donde se utilizó THF hidratado al 50% v/v y metanol puro como inhibidor, se observó que la conductividad disminuye drásticamente alrededor de los 720 segundos, lo cual corresponde al inicio de la etapa de cristalización. Luego de haberse formado el hidrato, la conductividad se mantiene constante, observándose un pequeño pico que corresponde al efecto termodinámico del final de la reacción de formación en un tiempo de 900 segundos, por lo que la temperatura asciende por un corto período de tiempo para luego mantenerse constante en -10°C y por consecuencia su conductividad. Después de haber culminado la cristalización se agregó metanol puro como inhibidor, donde se apreció que la conductividad va en ascenso, hasta estabilizarse, manteniéndose por debajo del valor inicial en estado líquido, eliminando cierta cantidad de los hidratos formados.

En la otra experiencia, donde se utilizó THF hidratado al 50% v/v y extracto de la semilla de mango como inhibidor, se observó un comportamiento similar en cuanto a la conductividad en el inicio de la etapa de cristalización y formación del hidrato, donde luego de agregarle el inhibidor puede observarse un ascenso significativo de la conductividad, llegando así a un valor próximo al de la conductividad inicial correspondiente en el estado líquido manteniéndose constante, al igual que su temperatura en -10°C , debido a su capacidad de encapsular las moléculas de agua, por lo cual el extracto de la semilla de mango funciona como un buen disolvente de los hidratos y en consecuencia es un buen inhibidor en la formación de los hidratos, esto se puede apreciar en la Figura N°28, de forma secuencial.

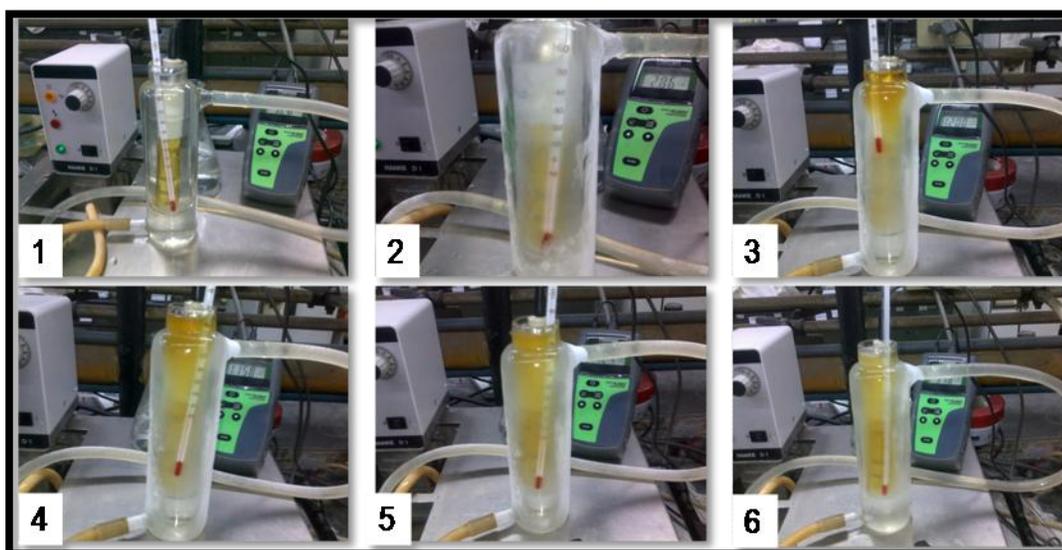


Figura N°28 Secuencia en la Formación y Dilución de los Hidratos.

En la Figura N°28, se aprecia el equipo para formar hidratos ubicado en el Módulo III, de la Escuela de Ingeniería Química. El equipo es un enfriador, que disminuye la temperatura del agua de circulación por la recámara de almacenamiento donde se colocó la muestra de THF hidratado al 50%, además del conductímetro y el termómetro empleado. En la imagen 1 se puede observar el estado líquido inicial del THF hidratado, en la imagen 2, se observa el hidrato cristalino ya formado. En la imagen 3 se le agregó el extracto de mango obtenido. Por último, en las imágenes 4, 5 y 6 se observa como el extracto de mango disuelve continuamente el hidrato formado cubriendo la recámara en su totalidad y eliminando casi por completo el hidrato.

En la Figura N°29 se pueden apreciar a la izquierda el cristal de agua destilada y a la derecha el cristal de hidrato.

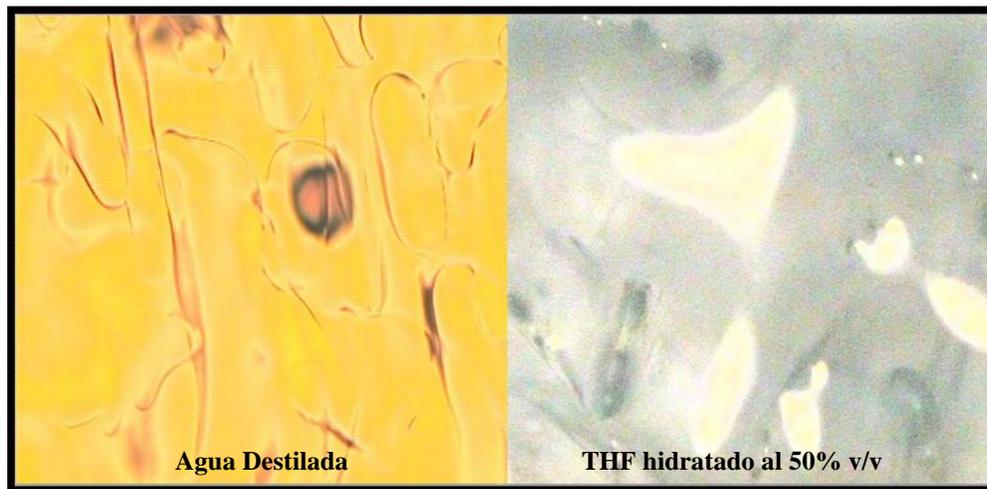


Figura N°29 Cristales de Agua y THF Hidratado.

Se puede apreciar en la Figura N°29, que ambos cristales tienen morfologías y arreglos distintos, mientras que el cristal de agua destilada presenta unas características más regulares, el cristal del hidrato presenta una morfología más espaciosa con respecto a la del agua y algo desordenada, lo que da indicios de que los cristales de hidratos son más grandes que los cristales de agua destilada.

Además que el extracto es un buen disolvente de los hidratos, también es un buen anti-incrustante, el cual es un compuesto químico que tiene la propiedad de evitar que las sales del agua se depositen o precipiten en cualquier superficie (Oxidial, 2009). Para demostrar esta afirmación se toma como base el Trabajo Especial de Grado, titulado *“Evaluación de Inhibidores Anti-incrustantes en Tuberías de Agua de Producción”*, que actualmente se encuentra en desarrollo (López y Rojas, 2010).

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

En el presente capítulo se presentan las conclusiones derivadas del análisis y discusión de resultados de este Trabajo Especial de Grado.

- El estado de la semilla más conveniente para realizar la Extracción de la pectina debe ser seco con un valor de rendimiento de 22,36 % p/p.
- El extracto obtenido contenía dos fases, una rica en solvente (alcohol) y la otra rica en componentes más densos (ácidos carboxílicos esterificados).
- En el uso de alcoholes para llevar a cabo la extracción de la pectina, se observó que el peso molecular del solvente es inversamente proporcional al valor del porcentaje en rendimiento.
- El solvente que presentó mayor valor de porcentaje de rendimiento en la Extracción de la pectina con arrastre con vapor tipo Soxhlet fue el Metanol con un 25,42 % p/p.
- En la técnica de Extracción por Hidrodestilación posiblemente se degradan compuestos de interés por efecto de la temperatura, presentando un valor de rendimiento de 19,72 % p/p.
- En la Extracción Asistida por Microondas el tiempo de residencia que se obtuvo fue de 23 segundos.
- La relación soluto/solvente que en el equipo Extracción Asistida por Microondas presentó un mayor valor de rendimiento fue la relación 1:2 con un valor de 6,29 % p/p.
- La mejor potencia en la Extracción Asistida por Microondas en el rango evaluado (0% - 100%) fue la del 100% cuyo valor de rendimiento es de 6,29 % p/p.

- En la Extracción Asistida por Ultrasonidos tanto la temperatura de operación como el tiempo de residencia son directamente proporcionales al valor del rendimiento.
- En la técnica de Extracción Asistida por Ultrasonidos el mayor valor de rendimiento obtenido fue de 8,26 % p/p, a una temperatura de operación de 60°C y con un tiempo de residencia de 45 minutos.
- En la Extracción con Fluido Supercrítico la presión óptima de operación fue de 1700 psig con un valor de rendimiento de 6,45 % p/p.
- La técnica de extracción que presentó un mayor valor de rendimiento (25,42% p/p) fue la técnica de Extracción por arrastre con vapor empleando el equipo tipo Soxhlet.
- Las curvas de la Espectroscopia de Infrarrojo de los extractos de la semilla de mango obtenidos tienen presencia de grupos funcionales característicos de la pectina comercial.
- En la Espectroscopia de Infrarrojo, se encontró que en todas las técnicas de extracción se logró obtener pectina y azúcares pero no se puede establecer la cantidad existente en cada técnica.
- Se demostró que el extracto de la semilla de mango obtenido es un buen disolvente de los hidratos y por ende un buen inhibidor.

CAPÍTULO VI

RECOMENDACIONES

A continuación se presentan algunas recomendaciones, para mejorar e innovar en el Trabajo Especial de Grado desarrollado, aplicando las técnicas de extracción convencional y no convencional.

- Evaluar la influencia de tamaños de partículas menores de la matriz vegetal que el utilizado en este Trabajo Especial de Grado en el fenómeno de transferencia de masa y el rendimiento de la extracción.
- Estudiar el uso de las hojas del árbol de mango, pulpa y concha del fruto de mango en la extracción de pectina por los diferentes métodos.
- Optimizar el uso del equipo de Extracción con Fluido Supercrítico para extraer pectina y su influencia a diferentes temperaturas de operación.
- Estudiar la influencia en el rendimiento de temperaturas mayores a 60° C y tiempos de residencia mayores a 45 minutos en el equipo de Extracción Asistida por Ultrasonido.
- Realizar la separación de las fases del extracto para cuantificar la cantidad de pectina obtenida.
- Estudiar el proceso de Extracción Asistida por Microondas de forma continua, para poder escalar el proceso a nivel industrial para el uso de la pectina como inhibidor en las tuberías de gas natural.
- Realizar un Trabajo Especial de Grado usando como materia prima la toronja, mandarina, parchita, ya que los mismos son frutos cítricos y poseen características similares al mango en cuanto al contenido de flavonoles y antioxidantes.

BIBLIOGRAFÍA

- Ajila, C., Naidu, K., Bhat, S., Prasada Rao, U. (2007). **Bioactive compounds and antioxidant potential of mango peel extract**. Food Chemistry, 105. 982-988. Mysore, India.
- Angurell, I et al. (2007). **Operaciones Básicas en el Laboratorio de Química**. Departamento de Química Inorgánica. Universidad de Barcelona. España. <http://www.ub.edu> (Consultada el 08 de octubre de 2009).
- Armas G., C. y Corredor S., J. (2007). **Comparación de procesos de extracción del aceite esencial del vetiver (*Chrysopogon zizanoides* (L) *Roberty*)**. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Azuola, R., Vargas, P. (2007). **Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EAU)**. Tecnología en Marcha. 20-4:30-40. San José de Costa Rica. Costa Rica.
- Bastidas, M. (2008). **Extracción de los derivados del cacao venezolano utilizando el proceso de extracción asistida por microondas (EAM) y extracción asistida por ultrasonidos (EAU)**. Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Bélanger J. et al. (2006). **Applications of microwave-assisted processes (MAPTM) to environmental analysis**. 386. 1049-1058. Anal Bioanal Chem.
- Berardini, N. Knödler, M., Schieber, A., Carle, R. (2005). **Utilization of mango peels as a source of pectin and polyphenolics**. Innovative Food Science and Emerging technologies, 6. 442 – 452. OR, Estados Unidos.
- Calvo, M. (2005). **Bioquímica de los Alimentos de la Licenciatura de Ciencia y Tecnología de los Alimentos**. Universidad de Zaragoza. España.
- Carroll, J. (1958). **Natural Gas Hydrates: A guide for engineers**. Gulf Professional Publishing. Estados Unidos.

- Casanova A., R. y Parrales P., K. (2008). **Obtención De La Manteca De Cacao A Partir De Semillas De Cacao (Theobroma Cacao L.), Usando Extracción Supercrítica Y Extracción Convencional.** Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Cerpa, M. (2007). **Portal Hidrodestilación de Aceites Esenciales.** Valladolid, España.
<http://thechemistry.blogspot.com/2007/10/portal-hidrodestilacin-de-aceites.html> (Consultada el 6 de octubre de 2009).
- Corredor, J. y Hernández, M. (2008). **Hidratos de Gas.** Pasantía de Investigación. Escuela de Ingeniería Química. Universidad Central de Venezuela. Caracas, Venezuela.
- Crane, J. (2008). **The ten most popular tropical-subtropical fruit trees for the home landscape.** Tropical Fruit Crop Specialist University of Florida. Florida, Estados Unidos.
- ElKhorri S. et al. (2007). **The microwave-assisted process: Extraction and determination of fat from cocoa powder and cocoa nibs.** Journal of Food Engineering 79. 1110-1114. Estados Unidos.
- Encarta online (2009). **Pectina.** Enciclopedia Microsoft. Microsoft Corporation. México. <http://mx.encarta.msn.com> (Consultada el 10 de noviembre de 2009).
- Felder, R., Rousseau, R. (2005). **Principios Elementales de los Procesos Químicos.** Editorial LIMUSA WILEY. 3era Edición. México.
- Fernández, J. (2005). **Estructura y función de los hidratos de carbono: azúcares, almidón, glucógeno, celulosa.** Tecnología de los Alimentos. Departamento de Ingeniería Química. Universidad de Almería. España.
<http://www.ual.es> (Consultada el 12 de octubre de 2009).
- García, J. (2007). **Química y Microondas.** La web del químico profesional. España. <http://www.kimico.info.com> (Consultada el 08 de octubre de 2009).

- García, Y (2009). **El mango: porque comerlo.** El punto de la Belleza Integral. Estados Unidos. <http://www.lindisima.com> (Consultada el 03 de noviembre de 2009).
- Gómez-Esteban, P. (2009). **Premios Nobel – Física 1901 (Los rayos X).** <http://www.eltamiz.com> (Consultada el 03 de noviembre de 2009).
- Gómez, C., Fernández, A (2007). **Espectroscopia de Infrarrojo (IR).** España www.icmm.csic.es/fis/esp/infrarrojo1.html (Consultada el 16 de marzo de 2010).
- González, C (2005). **Mangifera indica.** Laboratorio de Botánica de la Facultad de Biología de la UMSNH. México. <http://www.redescolar.ilce.edu.mx> (Consultada el 29 de septiembre de 2009).
- Henley, E., Seader, J. (1988). **Operaciones de Separación por Etapas de Equilibrio en Ingeniería Química.** Editorial Reverté S. A. España.
- Higson, S. (2007). **Química Analítica.** Mc Graw Hill. México
- Incropera, F., De Witt, D (1999). **Fundamentos de Transferencia de Calor.** Editorial Prentice Hall. México.
- Jacobs, M. (2008). **Carbon dioxide pressure-temperature phase diagram.** Estados Unidos.
- King, J. (1980). **Procesos de Separación.** Editorial Reverté S. A. España.
- Liu, C. (2002). **Microwave assisted organic synthesis.** Literature Seminar.
- López, X., Rojas., J. (2010). **Evaluación de Inhibidores Anti-incrustantes en Tuberías de Agua de Producción.** Trabajo especial de grado. Universidad Central de Venezuela, Caracas.
- Machmudah, S. et al. (2008). **Pressure effect in supercritical CO₂ extraction of plant seeds.** Journal of Supercritical Fluids, 44. 301–307. Kobe, Japón.
- Mandal V. et al. (2007). **Microwave assisted extraction-an innovative and promising extraction tool for medicinal plant research.** Pharmacognosy.

- MDS Marine Desalination System L.L.C.(2009). **Formación de Hidrato de Gas**. Estados Unidos. http://www.mdswater.com/GasHy_2_formation_sp.htm (Consultada el 20 de marzo de 2010).
- National Nutrient USDA (sf). **Contenidos y Nutrientes en mangos**. Estados Unidos.
- Natural Standard Inc (2009). **Pectina Crítica Modificada**. The Authority on Integrative Medicine. Estados Unidos. <http://www.naturalstandard.com> (Consultada el 29 de septiembre de 2009).
- Ndiaye, C., Xu, S., Wang, Z. (2008). **Steam blanching effect on polyphenoloxidase, peroxidase and colour of mango (Mangifera indica L) slices**. Food Chemistry, 113. 92 – 95. Wuxi, China.
- NIST, Chemistry WebBook (2008). **Infrared Spectrum Methanol**. Estados Unidos. <http://webbook.nist.gov/chemistry> (Consultada el 25 de marzo de 2010).
- Ornelas-Paz, J., Yahia, E., Gardea, A. (2008). **Changes in external and internal color during postharvest ripening of ‘Manila’ and ‘Ataulfo’ mango fruit and relationship with carotenoid content determined by liquid chromatograph–APcI⁺ - time-of-flight mass spectrometry**. Postharvest Biology and Technology, 50. 145 – 152. Queretaro, México.
- Ortuño, M. (2006). **Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes**. pp 22. Ediciones AIYANA. España.
- Oxidial Soluciones Químicas S.R.L. (2009). **Anti-incrustante**. Mar del Plata, Argentina.
http://www.oxidial.com.ar/es/productos/l-quidos/anti--incrustante_B.2.2.html (Consultada el 20 de marzo de 2010).
- Patist, A., Bates, D. (2008). **Ultrasonic innovations in the food industry: From the laboratory to commercial production**. Innovative Food Science & Emerging Technologies. 9. 147 – 154. Noosa, Australia.

- Proyecto Integrado Argantonio (2009). **Mango: su tronco se utiliza para canoas.** Colegio Argantonio, S. L. Cadiz, España. <http://www.proyectoargantonio.blogspot.com> (Consultada el 09 de octubre de 2009).
- Ribeiro, S., Barbosa, L., Queiroz, J., Knödler, M., Schieber, A. (2008). **Phenolic compounds and antioxidant capacity of Brazilian mango (*Mangifera indica* L.) varieties.** Food Chemistry, 110. 620 – 626. Brasil.
- Rius, C. (2007). **Espectroscopía de infrarrojo y espectrometría de masas.** Departamento de Química Orgánica. Facultad de Química. Universidad Nacional Autónoma de México. México. <http://wearcheckiberica.es> (Consultada el 20 de octubre de 2009).
- Scrcorse, F. (2007). **Extracción por Ultrasonidos.** Jelsoft Enterprises Ltd. Reino Unido. <http://www.cannabiscfe.net/foros/showthread.php?t=95081> (Consultada el 20 de octubre de 2009).
- The MDS laboratory and operational office (2008). **About Gas Hydrates.** Marine Desalination System, L. L. C. Leaders in Hydrate Science and Technology. St. Petersburg, Florida, Estados Unidos.
- UniOvi (2009). **Espectroscopia Infrarroja.** Experimentación Química. Universidad de Oviedo. España.
- Vásquez-Caicedo, A., Schilling, S., Carle, R, Neidhart, S. (2007). **Effects of termal processing and fruit matrix on β -carotene stability and anzyme inactivation during transformation of mangoes into purée and nectar.** Food Chemistry, 102. 1172 – 1186. Stuttgart, Alemania.
- Welty, J., Wicks, C., Wilson, R. (1998). **Fundamentos de Transferencia de Momento, Calor y Masa.** Editorial LIMUSA S. A. México.
- Wordpress (2007). **Extracción con fluidos supercríticos.** Laboratorio de Química. <http://labquimica.wordpress.com/2007/11/20/extraccion-con-fluidos-supercriticos/> (Consultada el 06 de octubre de 2009).

- Zorzal, A. (2009). **Equipo Soxhlet**. Resumen de Exposiciones de Luz-química. <http://www.luz-quimica-zorzal.blogspot.com> (Consultada el 11 de noviembre de 2009).

ANEXOS

En esta sección del Trabajo Especial de Grado se presentan los Anexos correspondientes a la materia prima, equipos y material utilizado, así como también cálculos tipos y los espectros infrarrojos adicionales.

ANEXO A CÁLCULOS TIPOS

En cuanto a cálculos tipos, se presentan las ecuaciones empleadas en el desarrollo del Trabajo Especial de Grado.

RENDIMIENTO DEL EXTRACTO

$$\text{Rendimiento}(\%) = \left[\frac{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g.}) - \text{masa}_{\text{final}}(\text{g.})}{\text{masa}_{\text{inicial}}(\text{g.})} \right] \cdot 100\% \quad \text{ECUACIÓN 1}$$

Rendimiento= Valor Porcentual de Rendimiento (%).

masa_{inicial}= masa inicial antes del proceso de extracción (g).

masa_{final}= masa final luego del proceso de extracción (g).

$$\text{Rendimiento}(\%) = \left[\frac{50,4884 \text{ g.} - 37,6562 \text{ g.}}{50,4884 \text{ g.}} \right] \cdot 100\% = 25,42\%$$

DENSIDAD DEL EXTRACTO

$$\text{Densidad}(\rho) = \left[\frac{\text{masa}_{\text{pleno}}(\text{g.}) - \text{masa}_{\text{pvacio}}(\text{g.})}{\text{Volumen}_p(\text{mL})} \right] \quad \text{ECUACIÓN 2}$$

Densidad (ρ) = Densidad del extracto (g/mL).

masa_{p_{lleno}} = masa del picnómetro lleno (g).

masa_{p_{vacío}} = masa del picnómetro vacío (g).

Volumen_p = Volumen del picnómetro vacío (mL).

$$Densidad(\rho) = \left[\frac{35,0848(g.) - 26,9277(g.)}{9,827(mL)} \right] = 0,830 \frac{g.}{mL.}$$

ANEXO B TABLA DE DATOS OBTENIDOS

A continuación se presenta la Tabla N°14 con los datos obtenidos en el desarrollo del Trabajo Especial de Grado

Tabla N°14 Resultados de las pruebas con las diferentes técnicas.

Método	Solvente	Condiciones	Estado de las Semillas	Masa Inicial (g) ± 0,001	Masa Final (g) ± 0,001	Masa Picnómetro vacío (g) ± 0,001	Masa Picnómetro lleno (g) ± 0,001	Volumen del Picnómetro (ml) ± 0,01	Rendimiento (% p/p) ± 0,01	Densidad (g/mL) ± 0,01
Soxhlet	Agua	24 horas	Secas	50,0024	45,4700	26,9277	36,8379	9,827	9,06	1,008
Soxhlet	Hexano	24 horas	Secas	50,4211	45,6578	26,9277	33,4887	9,827	9,45	0,668
Soxhlet	Ciclohexano	24 horas	Secas	50,0802	46,8215	26,9277	34,5431	9,827	6,51	0,775
Soxhlet	Metanol	24 horas	Secas	50,4884	37,6562	26,9277	35,0848	9,827	25,42	0,830
Soxhlet	Etanol	24 horas	Secas	50,3618	39,0536	26,9277	34,9914	9,827	22,45	0,821
Soxhlet	Propanol (Semillas Secas)	24 horas	Secas	50,3604	39,1022	26,9277	34,9110	9,827	22,36	0,812
Soxhlet	Propanol (Semillas sin Secar)	24 horas	Sin Secar	50,0301	41,3402	26,9277	35,1437	9,827	17,37	0,836
Soxhlet	Butanol	24 horas	Secas	50,2600	45,3628	26,9277	34,9481	9,827	9,74	0,816
Hidrodestilación	Metanol	24 Horas	Secas	50,2753	40,3592	26,9277	34,8352	9,827	19,72	0,805
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 100%	Secas	50,5569	47,3760	26,9277	34,7223	9,827	6,29	0,793
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:5 Potencia 100%	Secas	20,5378	19,3273	26,9277	34,6406	9,827	5,89	0,785
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 90%	Secas	50,0490	48,1818	26,9277	34,6568	9,827	3,73	0,787
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 80%	Secas	50,2243	48,1750	26,9277	34,5967	9,827	4,08	0,780
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 70%	Secas	50,3690	48,2830	26,9277	34,5469	9,827	4,14	0,775
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 60%	Secas	50,1477	47,7900	26,9277	34,6019	9,827	4,70	0,781
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 50%	Secas	50,0296	48,5315	26,9277	34,6180	9,827	2,99	0,783
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 40%	Secas	50,0134	48,1321	26,9277	34,6127	9,827	3,76	0,782
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 30%	Secas	50,0198	47,9532	26,9277	34,5479	9,827	4,13	0,775

Tabla N°14 Resultados de las pruebas con las diferentes técnicas (Continuación).

Método	Solvente	Condiciones	Estado de las Semillas	Masa Inicial (g) ± 0,001	Masa Final (g) ± 0,001	Masa Picnómetro vacío (g) ± 0,001	Masa Picnómetro lleno(g) ± 0,001	Volumen del Picnómetro (ml) ± 0,01	Rendimiento (%p/p) ± 0,01	Densidad (g/mL) ± 0,01
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 20%	Secas	50,0040	48,0233	26,9277	34,6547	9,827	3,96	0,786
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 10%	Secas	50,0278	47,8998	26,9277	34,6838	9,827	4,25	0,789
Microondas (23 s)	Metanol	Relación 1:2 Potencia 0%	Secas	50,0621	48,6103	26,9277	34,6902	9,827	2,90	0,790
Ultrasonido (30° C)	Metanol	Relación 1:2 10 minutos	Secas	50,0260	48,0756	16,9629	36,7561	25,000	3,90	0,792
Ultrasonido (30° C)	Metanol	Relación 1:2 20 minutos	Secas	50,0101	48,0669	16,9629	36,6036	25,000	3,89	0,786
Ultrasonido (30° C)	Metanol	Relación 1:2 45 minutos	Secas	50,0105	47,0045	16,9629	36,4896	25,000	6,01	0,781
Ultrasonido (60° C)	Metanol	Relación 1:2 10 minutos	Secas	50,0245	48,0106	16,9629	36,5589	25,000	4,03	0,784
Ultrasonido (60° C)	Metanol	Relación 1:2 20 minutos	Secas	50,0267	47,6359	16,9629	36,7159	25,000	4,78	0,790
Ultrasonido (60° C)	Metanol	Relación 1:2 45 minutos	Secas	50,0030	45,8715	16,9629	36,9607	25,000	8,26	0,800
Supercrítico (Temp. Amb.)	Metanol	2 Horas, P = 1700 psig	Secas	50,0147	46,7906	-	-	-	6,45	-
Supercrítico (Temp. Amb.)	Metanol	2 Horas, P = 1100 psig	Secas	50,0361	47,1665	-	-	-	5,74	-
Supercrítico (Temp. Amb.)	Metanol	2 Horas, P = 700 psig	Secas	50,0225	48,2917	-	-	-	3,46	-
Supercrítico (Temp. Amb.)	Metanol	2 Horas, P = 1700 psig	Sin Secar	50,8992	48,6002	-	-	-	4,52	-

ANEXO C IMÁGENES

En esta sección de los anexos se presentan imágenes adicionales tomadas durante la realización de las técnicas de extracción.



Figura N°30 Semillas de Mango (sin secar y secas).



Figura N°31 Semillas de Mango luego de la Extracción Soxhlet.



Figura N°32 Extracto de la Semilla de Mango.



Figura N°33 Extracción Asistida por Microondas.



Figura N°34 Extracción Asistida por Ultrasonido.



Figura N°35 Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico.

ANEXO D ESPECTROS INFRARROJOS

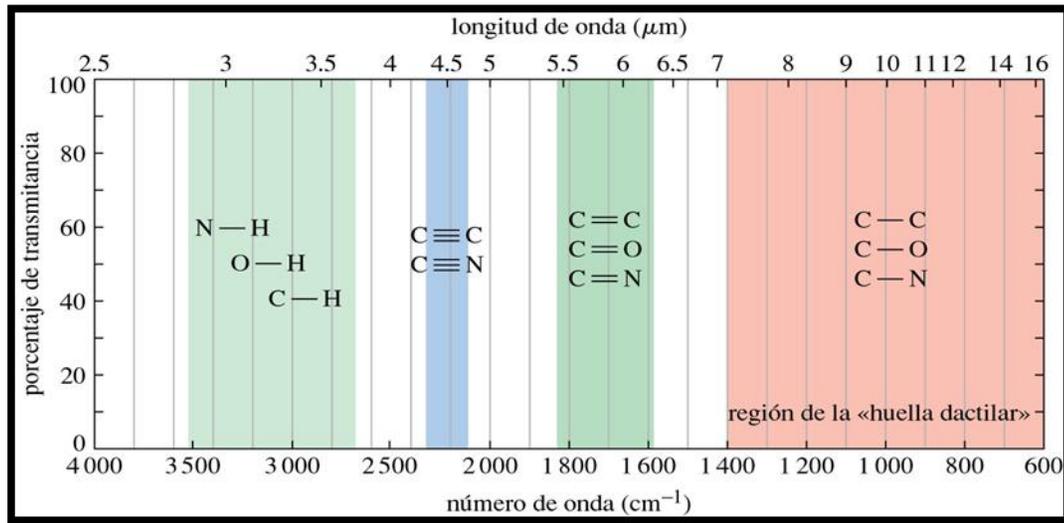


Figura N°36 Zona de Identificación de los Espectros de Infrarrojo (Rius, 2007).

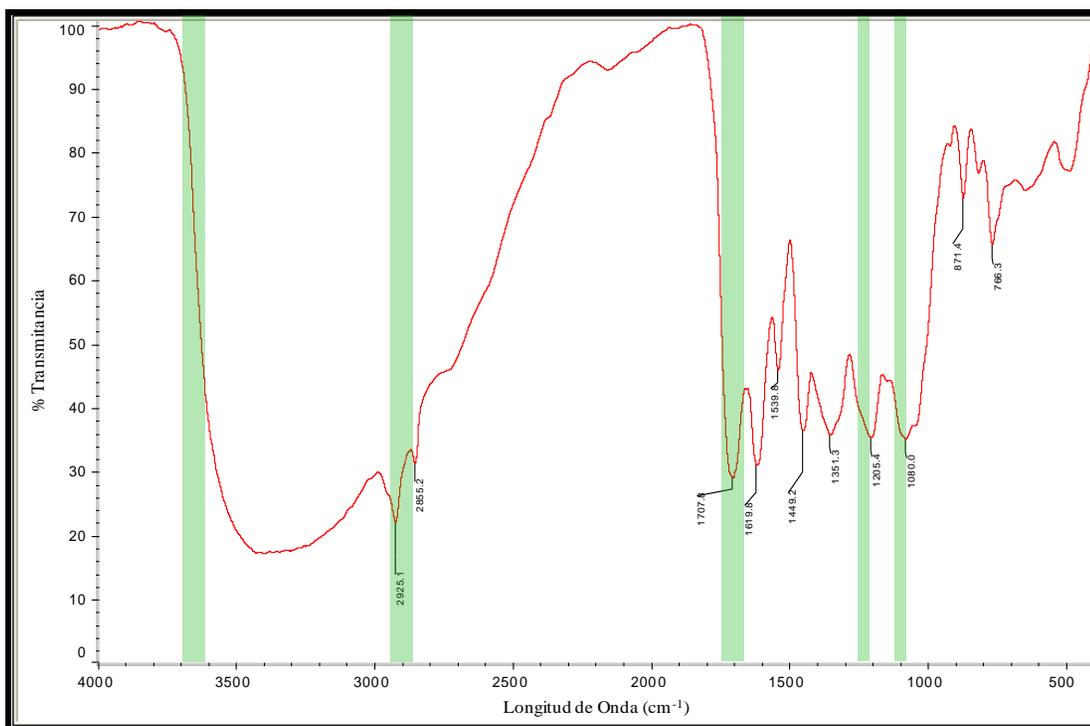


Figura N°37 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Metanol como Solvente.

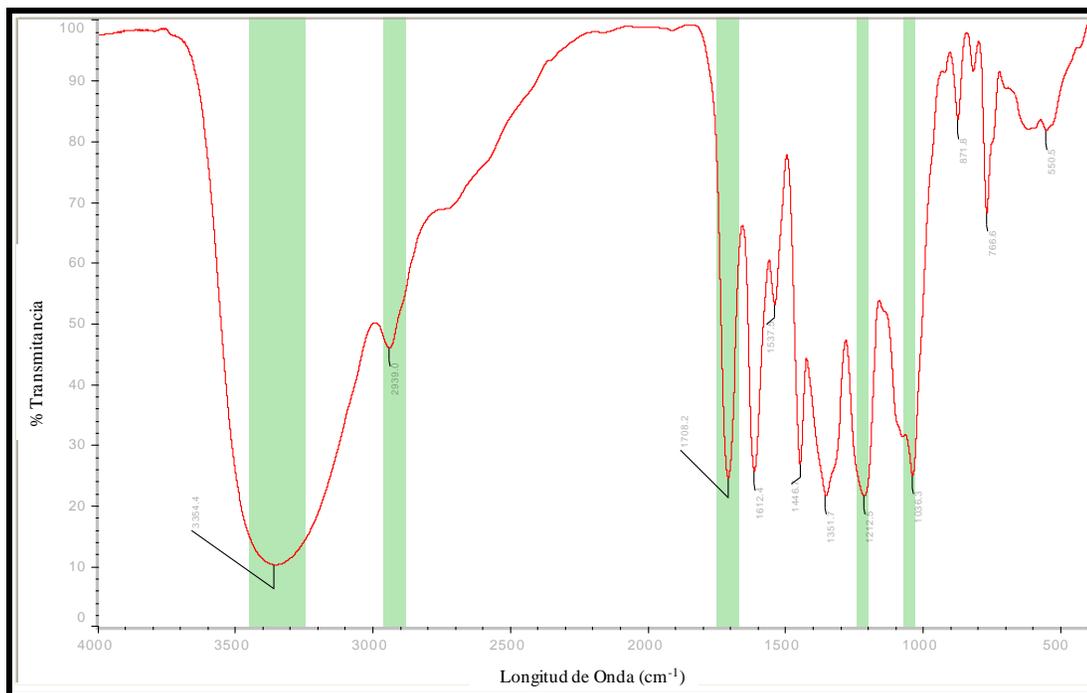


Figura N°38 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Hidrodestilación empleando Metanol como Solvente.

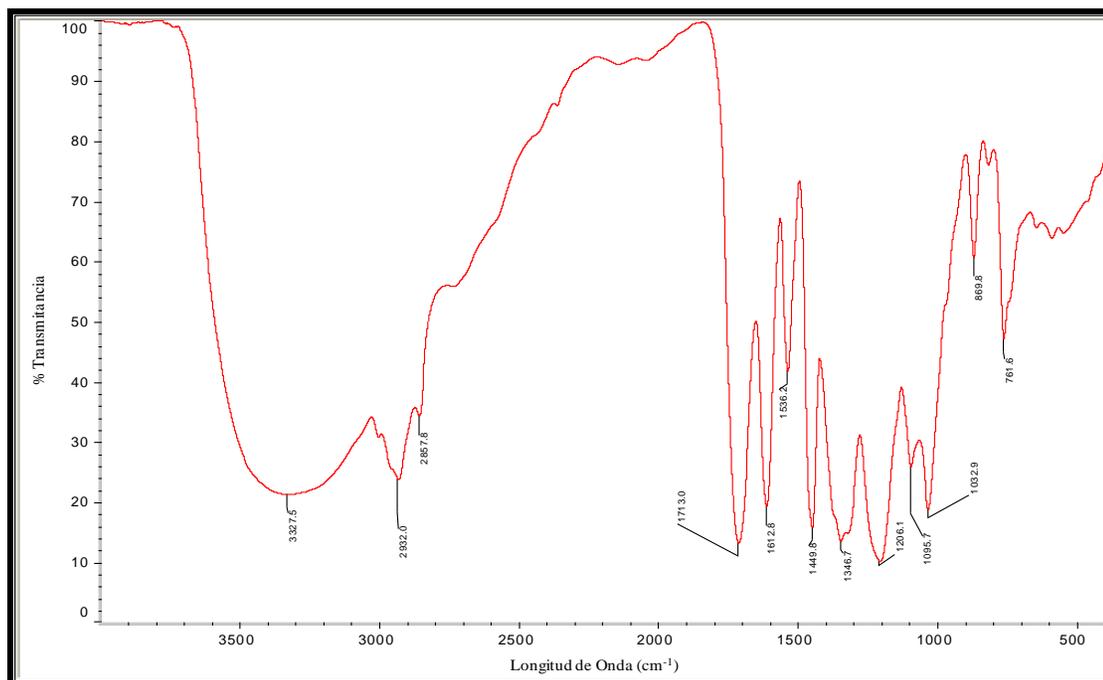


Figura N°39 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Etanol como Solvente.

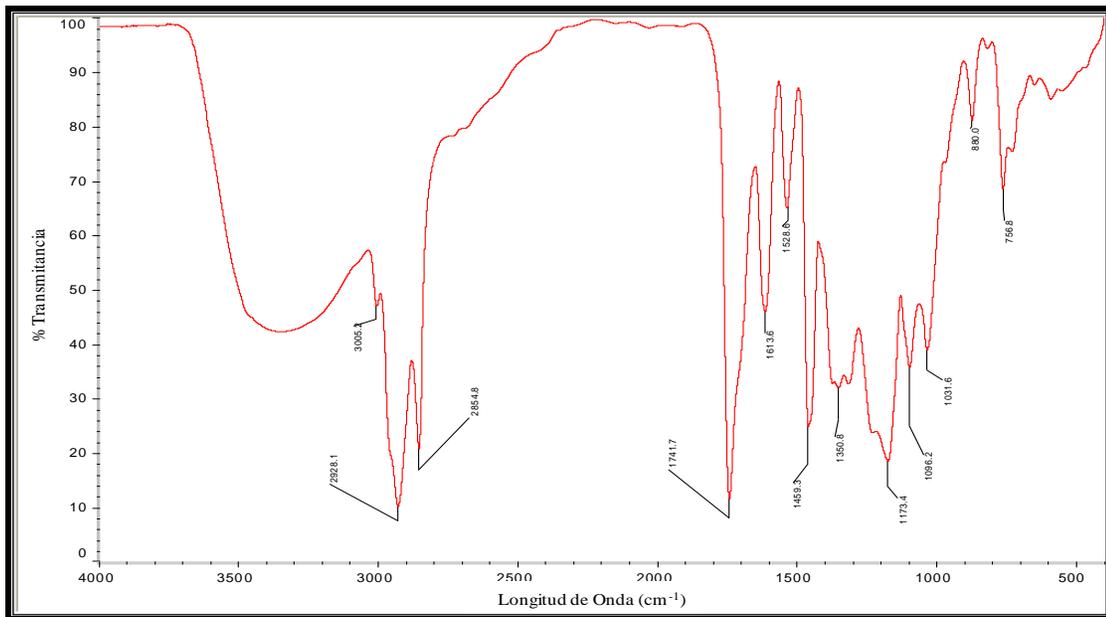


Figura N°40 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo Tipo Soxhlet empleando Butanol como Solvente.

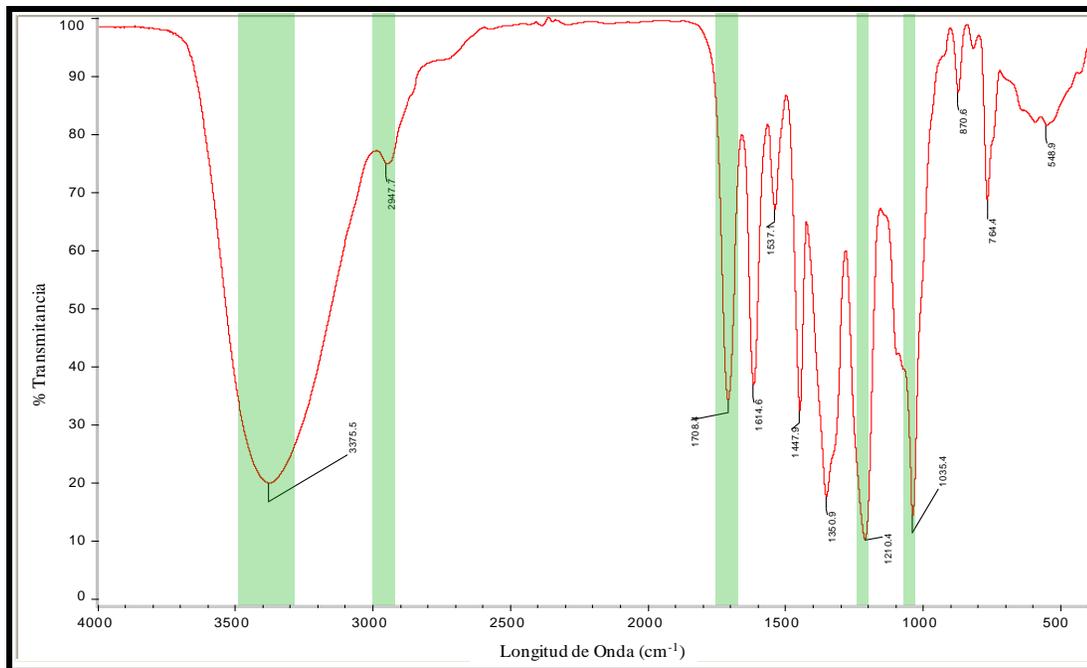


Figura N°41 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Microondas empleando Metanol como Solvente y con una Relación Solutu/Solvente 1:2.

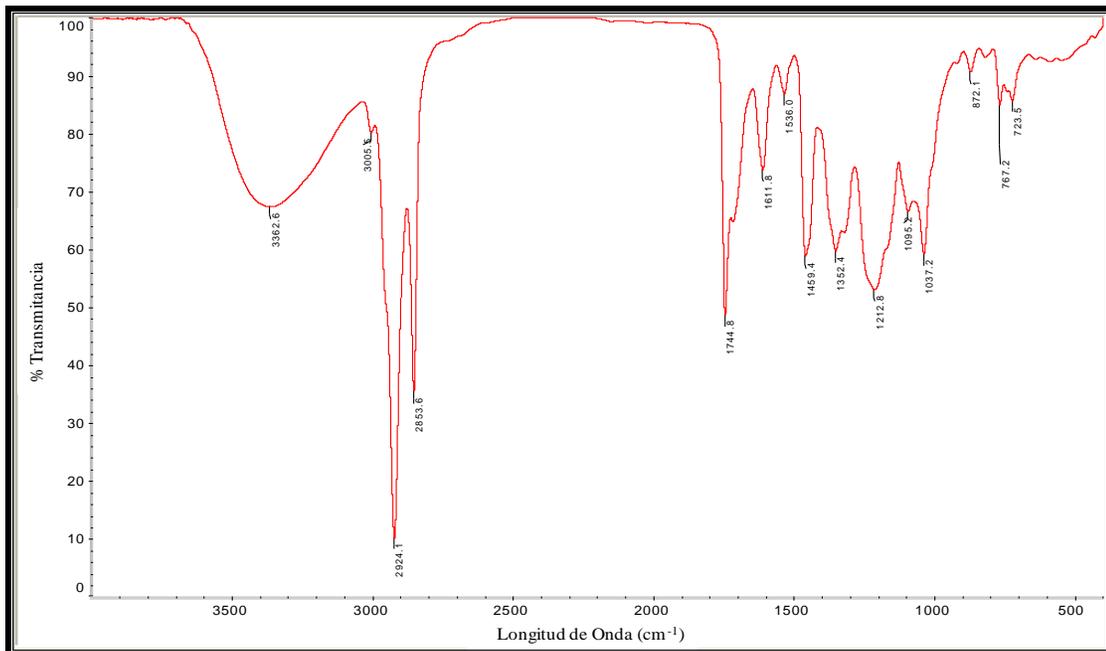


Figura N°42 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Microondas empleando Metanol como Solvente y con una Relación Soluta/Solvente 1:5.

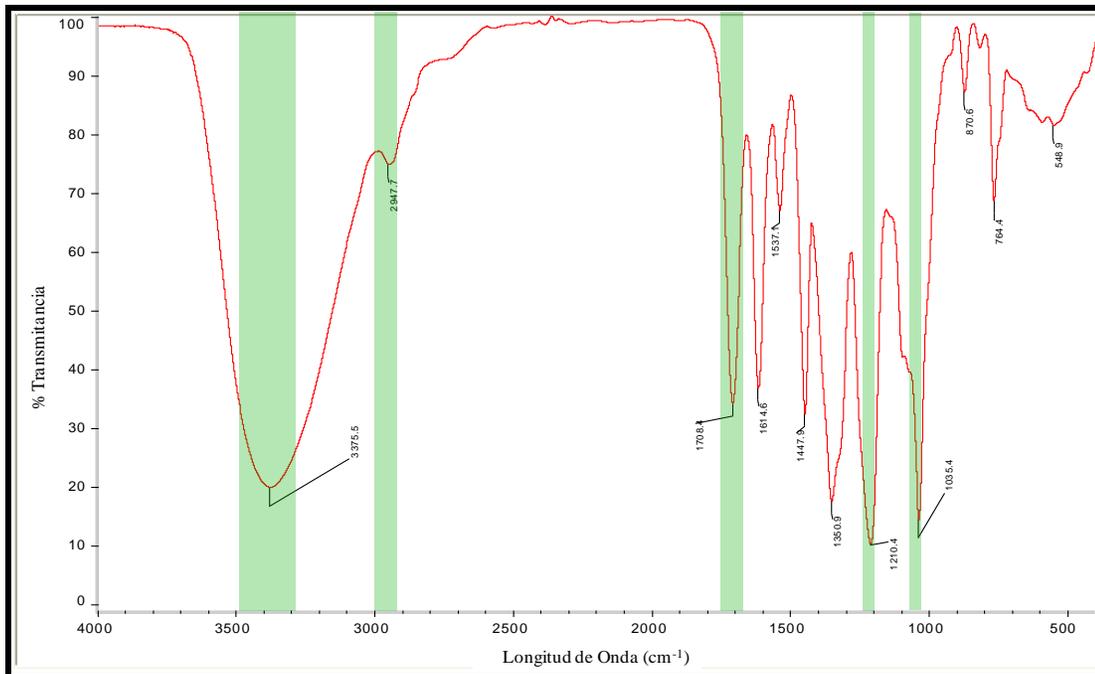


Figura N°42 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Ultrasonido empleando Metanol como Solvente.

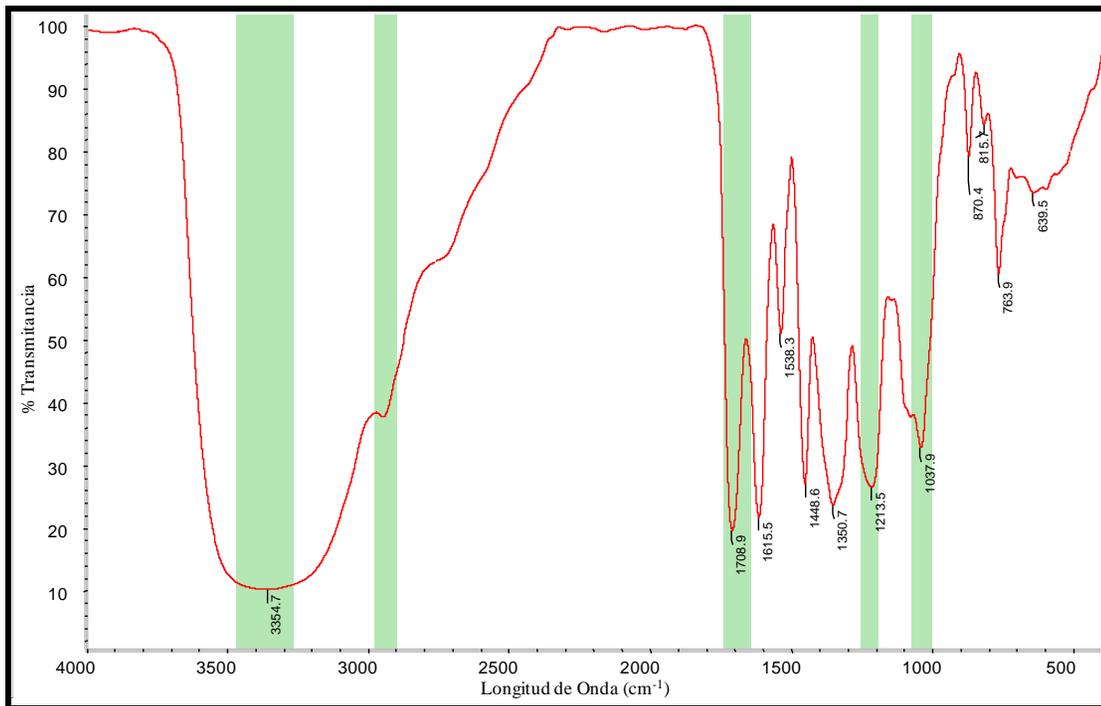


Figura N°43 Espectro Infrarrojo de la muestra obtenida en el Equipo de Extracción con Fluido Supercrítico.

ANEXO E ANÁLISIS ALTERNO

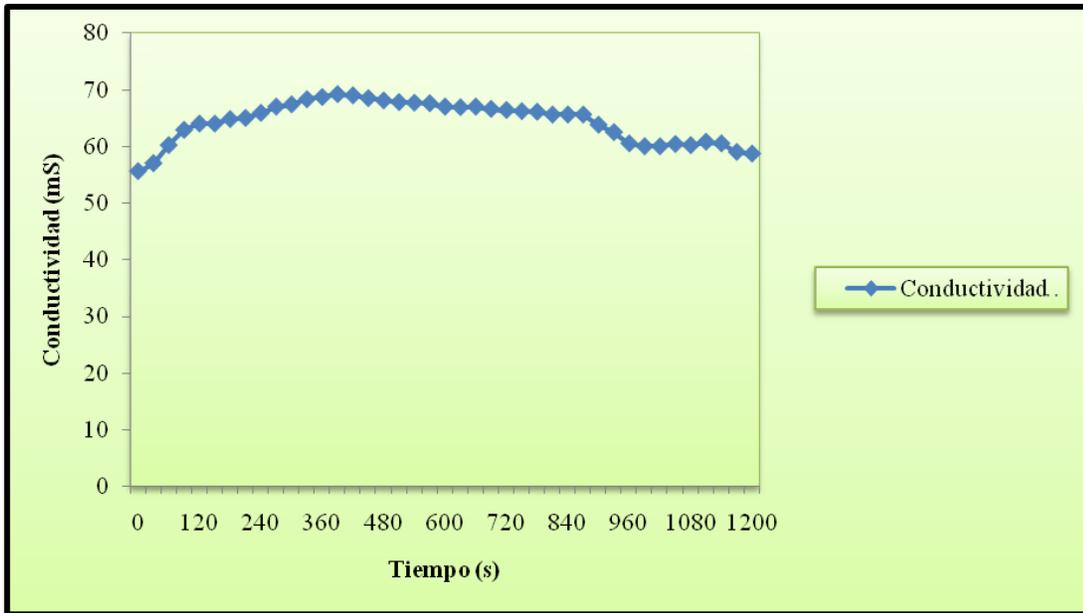


Figura N°44 Conductividad en Función del Tiempo para el THF Puro.