

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

COMPARACIÓN DE LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SOXHLET, EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS Y EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO, EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DE EXTRACTO DE ALOE VERA.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. Fuentes A., Luis D.
Para optar al Título
De Ingeniero Químico.

Caracas, 2013

TRABAJO ESPECIAL DE GRADO

COMPARACIÓN DE LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SOXHLET, EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS Y EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO, EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DE EXTRACTO DE ALOE VERA.

TUTORES ACADÉMICOS: Profa. Alejandra Meza.

Prof. Francisco Yánez.

Presentado ante la Ilustre
Universidad Central de Venezuela
Por el Br. Fuentes A., Luis D.
Para optar al Título
De Ingeniero Químico.

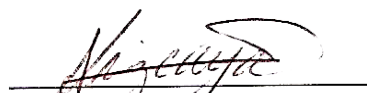
Caracas, 2013


Caracas, octubre de 2013


Los abajo firmantes, miembros del Jurado designado por el Consejo de Escuela de Ingeniería Química, para evaluar el Trabajo Especial de Grado presentado por el Bachiller Luis D. Fuentes A., titulado:


**COMPARACIÓN LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SOXHLET,
EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS Y EXTRACCIÓN
ASISTIDA POR ULTRASONIDO, EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN
DE EXTRACTO DE ALOE VERA.**

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). Marta Mediavilla
Jurado


Prof. Francisco Yáñez
Tutor Académico


Prof. (a). Alejandra Meza
Tutor Académico

DEDICATORIA

*Dedico uno de mis esfuerzos de superación personal a mis padres y mis hermanos,
los motores de mis sueños y planes.*

*A Jesús, Manuel y Noris, la familia que también me apoyó y tuvo fe en mí y en todas
mis posibilidades.*

AGRADecimientos

Agradezco a la ilustre Universidad Central de Venezuela por brindarme el privilegio de formarme como Ingeniero Químico en sus aulas.

A Dios, que siempre saca de mí una forma de motivarme a querer hacer las cosas y nunca rendirme.

Agradezco a mis padres, Nelson y Milagros por darme el apoyo incondicional, sembraron una semilla la abonaron con amor, responsabilidad, humildad y compromiso, y que ahora les da un fruto más. Agradezco a mis hermanos, Yolimar y Nelson, por motivarme a luchar por más y cada día exigirme más a mí mismo, por su presencia y cariño incondicional.

Doy gracias a Jesús, a Manuel y a Noris, la familia que conformé en Caracas, que me apoyaron y me apoyan en todo momento, me aconsejaron y me hicieron modelar este plano, para empezar a escribir más sueños, mas metas, más planes, me enseñaron que nunca es tarde cuando quieres lograr algo y lo deseas fervientemente y de corazón.

Gracias a mi tía Andrina, Osbelia, y Mirian, a mi primo René y Verónica, sin ellos no hubiese podido lograr esta meta, sus aportes, sus consejos, espero podérselos recompensar con el triple de lo que me dieron.

Agradezco a mi tutora Alejandra Meza por su ayuda, sus consejos y sus clases que hoy en día son un fundamento en mi carrera, a mi tutor, el profesor Francisco Yáñez, por su apoyo y orientación en este trabajo especial y por representar un ejemplo a seguir desde que lo conocí.

Gracias a aquellos familiares y amigos que aportaron un granito, para hacer de esta carrera una gran travesía.

“En tiempos de cambio, quienes estén abiertos al aprendizaje se adueñarán del futuro, mientras que aquellos que creen saberlo todo estarán bien equipados para un mundo que ya no existe” Eric Hoffer.

Fuentes A., Luis D.

COMPARACIÓN DE LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SOXHLET, EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS Y EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO, EN EL PROCESO DE OBTENCIÓN DE EXTRACTO DE ALOE VERA.

Tutores Académicos: Profa. Alejandra Meza, Prof. Francisco Yáñez.

Tesis. Caracas, U.C.V. Facultad de Ingeniería. Escuela de Ingeniería Química.

2013, 75 p.

Palabras Claves: ALOE VERA, SOXHLET, MICROONDAS, ULTRASONIDO, EXTRACTOS NATURALES, PECTINAS, OBTENCIÓN DE EXTRACTOS.

Resumen. Este trabajo presenta la comparación de los métodos de Extracción Soxhlet, Extracción Asistida por Microondas y Extracción Asistida por Ultrasonido, en el proceso de obtención del extracto de Aloe Vera. La metodología empleada se basó en el tipo de investigación proyecto factible, con nivel descriptivo, utilizando como estrategia la experimentación. Para cumplir con este objetivo se determinó si la materia vegetal debía estar húmeda o seca para llevar a cabo las extracciones, además se determinó el mejor solvente para la extracción dentro de cuatro opciones que fueron; agua, isopropanol, hexano y tolueno, empleando la extracción Soxhlet a presión atmosférica y a un 40% de la potencia de la manta de calentamiento, evitando deteriorar la materia vegetal, resultando mejor la materia vegetal húmeda con un rendimiento del 78,85% p/p, seleccionándose como solvente al hexano por mostrar una separación de fases al obtenerse el extracto, donde una de estas fases es rica en componentes del aloe vera. Seguidamente se determinó el tiempo de exposición límite del solvente, empleando la Extracción Asistida por Microondas (EAM), con este mismo método se determinó la mejor relación materia vegetal-solvente variando la potencia de la extracción en el equipo microondas. El solvente mostró un tiempo de exposición límite de 13 s, que fue el tiempo que tardaron en formarse las primeras burbujas y se mostró que la mejor relación de materia vegetal-solvente es de 1:3 m:v respectivamente, con un rendimiento de 56,78% p/p. luego se determinó la mejor temperatura de extracción en el equipo de Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU) trabajando a temperatura ambiente (27° C al momento de realizar la extracción), 30 y 60 °C y un tiempo constante. La mejor temperatura en la EAU fue de 60°C. Comparándose los rendimientos de las extracciones, los tres métodos presentaron resultados satisfactorios para la obtención de extracto de Aloe Vera, siendo seleccionada la EAU como la mejor en función de los rendimientos obtenidos, con un valor de 74,67% p/p. Para finalizar se llevó a cabo la caracterización del extracto con el mejor rendimiento obtenido y así comprobar la presencia del compuesto de interés (pectina). En la muestra analizada se encontró la presencia de la misma, siendo clasificada como de alto metóxilo.

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
ÍNDICE DE FIGURAS	x
ÍNDICE DE TABLAS	xi
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO I	2
FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN	2
I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	2
I.2 OBJETIVOS	3
I.2.1 Objetivo general.....	3
I.2.2 Objetivos específicos.....	3
CAPÍTULO II	5
ANTECEDENTES	5
MARCO TEÓRICO	9
II.1 ALOE VERA	9
II.1.3 Estructura celular del tejido.....	9
II.1.4 Composición del Gel de Aloe Vera.....	10
II.2 PECTINAS	11
II.3 EXTRACCIÓN	11
II.3.1 Extracción Convencional (Soxhlet).....	12
II.3.2 Extracción Asistida Por Microondas (EAM).....	13
II.3.3 Extracción Asistida Con Ultrasonido (EAU).....	13
II.4 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO.....	14
MARCO METODOLÓGICO	15
III.1 PREPARACIÓN DE LA MATERIA VEGETAL	17
III.2 EXTRACCIÓN TIPO SOXHLET.....	17
III.3 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS.....	18
III.4 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO	19

III.5 CARACTERIZACION DE LOS EXTRACTOS	19
CAPÍTULO IV.....	21
ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	21
IV.1 EVALUACIÓN PRELIMINAR.....	21
IV.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA.....	22
IV.3 ANÁLISIS DE RENDIMIENTO.....	22
IV.4 EXTRACCIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR (SOXHLET)	22
IV.4.1 Condición de la Materia Vegetal.....	22
IV.4.2 Selección del Mejor Solvente de Extracción.....	24
IV.5 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM).....	27
IV.5.1 Tiempo de Exposición Límite del Solvente	27
IV.5.2 Relación Materia Vegetal-Solvente.....	27
IV.6 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO	30
IV.6.1 Temperatura de Extracción	30
IV.7 COMPARACIÓN DE RENDIMIENTOS DE LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN	31
IV.8 CARACTERIZACIÓN DEL MEJOR EXTRACTO OBTENIDO	33
IV.9 ANÁLISIS ALTERNO DE LA PRESENCIA DE PECTINA EN LA MUESTRA ..	40
CAPÍTULO V	42
CONCLUSIONES.....	42
CAPÍTULO VI.....	44
RECOMENDACIONES	44
BIBLIOGRAFÍA.....	45
APÉNDICE.....	48
CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES.....	48
1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LA EXTRACCIÓN DE PECTINA DEL CRISTAL DE ALOE VERA.....	50
1.1 EXTRACCIÓN TIPO SOXHLET.....	50
1.1.1 Descripción del equipo Soxhlet	50
1.1.2 Procedimiento experimental.....	51

1.2 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM)	52
1.2.1 Descripción del equipo	52
1.2.2 Procedimiento experimental.....	53
1.3 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO.....	54
1.3.1 Descripción del equipo	54
1.3.2 Procedimiento experimental.....	55
ANEXOS	57
ANEXO A: CÁLCULOS TIPO.....	57
ANEXO B: TABLAS DE DATOS OBTENIDOS	60
ANEXO C: IMÁGENES.....	63

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura N° 1: Hoja entera y corte transversal de Aloe Vera	10
Figura N° 2: Cadena del ácido galacturónico (pectina)	11
Figura N° 3: Extractor tipo Soxhlet.....	12
Figura N° 4: Esquema general de la metodología empleada en el presente trabajo especial de grado	16
Figura N° 5: Extractos de aloe vera empleando los solventes; agua (a), Isopropanol (b), hexano (c) y tolueno (d).....	26
Figura N° 6: Rendimientos de Extracción con respecto a las potencias de extracción para las relaciones de Materia vegetal-Solvente 1:3 y 1:5 m:v	28
Figura N° 7: Espectro IR del hexano	35
Figura N° 8: Espectro de infrarrojo del extracto de Aloe Vera Industrial	37
Figura N° 9: Espectro de Infrarrojo del extracto de aloe vera, obtenido en el presente trabajo especial de grado mediante la extracción Soxhlet	39
Figura N° 10: Extracto antes de realizar la prueba visual ((a) y (b)) y después de realizar la misma ((c) y (d)).	41
Figura N° 11: Diagrama del equipo de destilación con arrastre de vapor tipo Soxhlet.	50
Figura N° 12: Equipo de Microondas marca Sharp, modelo R-520L.....	53
Figura N° 13: Equipo de Ultrasonido marca Elmasonic, modelo D-78224	55
Figura N° 14: Montaje de la Extracción Soxhlet y materia vegetal durante la extracción	63
Figura N° 15: Materia vegetal luego de la extracción Soxhlet y extracto de Aloe Vera.....	63
Figura N° 16: Materia vegetal antes y después de la extracción Soxhlet.....	64
Figura N° 17: Estado de la materia vegetal y el solvente, antes y después de la EAU.....	64

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 1: Características organolépticas de la materia vegetal.....	21
Tabla 2: Características fisicoquímicas de los solventes y los extractos respectivos.	22
Tabla 3: Rendimiento de extracción evaluando la condición de humedad de la materia vegetal.....	23
Tabla 4: Rendimientos de extracción para los diferentes solventes empleando la técnica de extracción Soxhlet.....	25
Tabla 5: Rendimiento de la extracción para las potencias empleadas en la EAM a una relación 1:3 m:v.	29
Tabla 6: Rendimientos de extracción para las diferentes temperaturas de extracción asistida por ultrasonido.....	30
Tabla 7: Rendimientos de las extracciones para los diferentes métodos empleados en el presente trabajo especial de grado.....	31
Tabla 8: Costo asociado al gasto energético de la EAM y la EAU.....	33
Tabla 9: Regiones de IR características de algunos grupos funcionales presentes en el extracto de Aloe Vera	34
Tabla 10: Cronograma de actividades	48
Tabla 11: Datos obtenidos empleando la extracción Soxhlet.....	60
Tabla 12: Datos obtenidos mediante la extracción asistida por microondas (EAM).	61
Tabla 13: Datos obtenidos mediante la Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU)	62

INTRODUCCIÓN

A partir de extractos vegetales se elaboran en la actualidad componentes útiles para las distintas industrias del mercado. Esto conlleva a la implementación de procedimientos que permitan realizar la extracción de manera eficaz y rentable, de forma significativa para la industria y los procesos que en ella se realizan; manufactura, explotación y transporte. Basándose en esto, es importante definir los mejores procesos que permitan la obtención de extractos ricos en componentes de alta calidad y utilidad para suplir las diferentes necesidades con respecto a las actividades industriales y la mejora del uso de los recursos.

El presente trabajo de grado pretende comparar tres procesos que pueden ser utilizados para la obtención de extractos vegetales (extracción por arrastre de vapor empleando un extractor Soxhlet, la extracción asistida por microondas y la extracción asistida por ultrasonido) dentro de una gama de opciones para la obtención de extractos de Aloe Vera ricos en pectina, usando su cristal como materia vegetal base y estableciendo una experimentación en ambiente controlado, realizada en un período temporal específico. Se contrastaron los resultados a partir de indicadores (rendimiento y calidad de la pectina) que permitieron definir el mejor proceso a través de gráficas y un análisis estadístico. Esta investigación se realizó en tres secciones fundamentales; la primera sección donde se plantea el basamento teórico asociado a la obtención del extracto contenido en el cristal de Aloe Vera; una segunda sección que describe la metodología empleada para su obtención; y por último, una tercera sección que presenta los resultados obtenidos al aplicar las técnicas de extracción y que define el mejor proceso y las condiciones de extracción a través de la comparación.

CAPÍTULO I

FUNDAMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN

I.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

En la actualidad para los procesos industriales a nivel mundial se buscan métodos eficientes, económicos y favorables al ambiente para la extracción de los compuestos presentes en los vegetales. Estos compuestos están contenidos en las cáscaras y semillas de frutas, así como también en las hojas de los vegetales. Su obtención requiere el empleo de técnicas muy especializadas. También es importante resaltar que por ejemplo las pectinas encontradas entre los componentes de la mayoría de los extractos vegetales se caracterizan por poseer propiedades de formación de geles en un medio ácido, que conjuntamente con azúcares polihidrolizados son utilizados en la industria alimentaria, industria farmacéutica, en tratamientos de algunas enfermedades y como agente homeostático en el plasma sanguíneo.

Por otra parte, estudios recientes como el de Domínguez (2011) y el de Landaeta & Orta (2010) demuestran que en el campo industrial la pectina tiene la propiedad de inhibir la formación de hidratos de carbono en las tuberías, lo que mejora el funcionamiento de los procesos de transporte de gas (metano, propano, butano, pentano, entre otros) protegiendo así los equipos utilizados en el proceso y disminuyendo notablemente las obstrucciones formadas en las tuberías de transporte. Por último, otras investigaciones como las de Freitas & González (2011) y Conforti & González (2012), demuestran que las pectinas tienen excelentes propiedades como inhibidores de corrosión en tuberías de acero.

En Venezuela país de naturaleza petrolera, es constante la búsqueda de nuevos métodos para el procesamiento de los productos derivados del petróleo; de forma práctica, rentable y que además sean amigables con el medio ambiente, surgiendo de esta búsqueda la posibilidad de emplear sustancias provenientes de los vegetales que puedan proporcionar las mismas propiedades funcionales y tecnológicas de los productos sintéticos tradicionalmente empleados.

Por todo lo antes expuesto, en el presente trabajo especial de grado se tomó uno de los extractos vegetales ricos en pectina a partir del cristal Aloe Vera (*Aloe Barbadensis Miller*), para ello se emplearon los métodos de extracción Soxhlet, extracción asistida por microondas y extracción asistida por ultrasonidos, tres métodos que a diferencia de los empleados a nivel industrial, no deterioran la materia vegetal por la adición de calor y se requieren periodos de operación cortos, todo esto esperando encontrar las mejores condiciones para lograr una extracción más eficiente y de mejor calidad, y así lograr una producción según los requerimientos de una industria en constante crecimiento.

I.2 OBJETIVOS

I.2.1 Objetivo general

Comparar los métodos de extracción Soxhlet, extracción asistida por microondas y extracción asistida por ultrasonido, en el proceso de obtención de extracto de Aloe Vera.

I.2.2 Objetivos específicos

- Determinar condiciones de la materia vegetal (húmeda o seca) para obtener el extracto con el mejor rendimiento, mediante la extracción tipo Soxhlet, basándose en el rendimiento de los extractos obtenidos para cada caso.

- Determinar el mejor solvente empleando la extracción tipo Soxhlet, basándose en el rendimiento de los extractos obtenidos con cada solvente.
- Determinar el tiempo de exposición límite del solvente empleando la Extracción Asistida por Microondas (EAM), operando a máxima potencia.
- Determinar la mejor relación materia vegetal-solvente en la Extracción Asistida por Microondas (EAM), variando la potencia, y basándose en el rendimiento del extracto obtenido.
- Determinar la mejor temperatura de extracción empleando la Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU), en función del rendimiento de los extractos obtenidos.
- Comparar el rendimiento de los métodos de extracción empleados.
- Realizar la caracterización del extracto con el mayor rendimiento obtenido en las extracciones.

CAPÍTULO II

ANTECEDENTES

En el campo de la bioquímica, se han realizado diversas investigaciones respecto a las técnicas empleadas para la extracción de la pectina, contenida principalmente en las frutas y vegetales, bajo esta premisa se pueden mencionar algunos trabajos orientados a la extracción de este compuesto.

Sobre la extracción de pectina se tiene:

En el 2012 Álvarez, Albany y Burgos, Floribel presentaron el trabajo llamado: Comparación de las técnicas de extracción de pectina a partir de la cáscara de la parchita amarilla (*passiflora edulis f. flavicarpa*). Se estudió la extracción de pectina contenida en la cáscara de la parchita amarilla (*Passiflora Edulis F. Flavicarpa*); con el fin de evaluar las condiciones factibles de extracción para que generen la mayor cantidad de pectina basado en el porcentaje de rendimiento obtenido y a su vez realizar un análisis comparativo entre las técnicas utilizadas. En la extracción convencional se utilizó la extracción Soxhlet; para la extracción no convencional se empleó la técnica de extracción asistida por microondas; en la caracterización por espectroscopia infrarroja de los extractos obtenidos se identificaron los grupos funcionales de interés, demostrando la presencia de pectina en las muestras analizadas. Finalmente concluyeron que la técnica de extracción que permite obtener un mayor rendimiento es la extracción tipo Soxhlet, en la que se alcanzó un valor de 44 % p/p.

Esta investigación aporta al presente trabajo especial de grado, parte de la metodología empleada para la extracción Soxhlet y la extracción asistida por microondas, de igual manera aporta una técnica de caracterización que permite

identificar de manera acertada la presencia de los compuestos de interés (espectroscopia de infrarrojo).

Domínguez, Cristina en el año 2011 presentó el trabajo titulado: Determinar el Método de Extracción y las Condiciones de Operación Óptimas Para la Extracción de la Pectina de la Cáscara de la Parchita Amarilla (*Passiflora Edulis F. Flavicarpa*). Se comparan las técnicas de extracción aplicadas (hidrólisis ácida, Soxhlet, extracción asistida por microondas y extracción asistida por ultrasonido). Se obtuvo un mayor rendimiento en aquellas que disponían de mayor tiempo de contacto, como la de tipo convencional Soxhlet, en la que el tiempo de extracción empleado fue de 24 horas, se logró alcanzar un rendimiento máximo de 60,97 %p/p empleando etanol como solvente, elegido según el rendimiento en peso obtenido empleando varios solventes. Seguidamente el rendimiento más cercano a la extracción tipo Soxhlet se obtuvo al utilizar la técnica de hidrólisis ácida, consiguiéndose un valor de 26,78 %p/p, mientras que por microondas un 5,67 %p/p a una potencia de 100%. De igual forma se demostró que para todas las técnicas de extracción estudiadas, es conveniente el uso de la matriz vegetal húmeda.

Este trabajo aporta parte de la metodología que se emplea en la extracción por ultrasonido, reporta un dato para comprobar una condición posible de la materia vegetal y así obtener un buen rendimiento en las extracciones.

En el 2010 Guidi, Augusto y Arandia, Magaly presentaron el trabajo llamado: Obtención de Pectina a Partir de Cáscara de Maracuyá Mediante Hidrólisis Ácida. Esta investigación se llevó a cabo en tres fases; recabar información respecto al fruto de maracuyá; realización de experimentos aplicando el diseño experimental factorial que determinaría la combinación de tres factores; temperatura, tiempo y concentración del ácido cítrico, para obtención del mayor rendimiento; y una tercera fase donde se propone el método de extracción a nivel

industrial. La Hidrolisis Acida se realizó añadiendo agua (1:3 m:v) a una concentración de ácido cítrico de 0.0045 - 0.15M, a una temperatura de 50-80°C por 10 o 60 minutos, la combinación de los factores, que permitió obtener un mayor rendimiento en pectina, fue de 50° C, con un tiempo de 10 min y a una concentración de 0.0045M; su rendimiento fue de 8.59 %p/p. A partir de los resultados experimentales se pudo realizar la propuesta del método y hacer el dimensionamiento de los equipos.

Esta investigación aporta al presente trabajo especial de grado las relaciones de masa y volumen empleadas para obtener la misma, de igual manera señala que las variables comunes a utilizar para la comparación de los métodos son el tiempo y la temperatura de extracción.

En el 2005 Landaeta, Francisco y Orta, Luis presentaron el trabajo titulado: Extracción de la pectina de la semilla del mango (Mangifera Indica l.). En esta investigación se determinó el método de extracción y las condiciones de operación para la extracción de la pectina contenida en la semilla de mango. En la Extracción Convencional se utilizó la técnica tipo Soxhlet y el mejor solvente a utilizar fue el metanol, reportándose un rendimiento de 25,42% p/p. Para la Extracción No Convencional se usó la técnica 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 (1:3 y 1:5), se obtuvo un mayor rendimiento del extracto con un valor de 6,29% p/p, usando 100% de potencia y la relación Soluta/Solvente de 1:3, también se empleó la Extracción Asistida por Ultrasonidos donde se trabajó con temperaturas de 30°C y 60°C con tiempos de (10, 20 y 45) minutos y una relación Soluta/Solvente de 1:3, donde se obtuvo un mayor rendimiento de 8,26% p/p para un tiempo de 45 minutos a una temperatura de 60°C concluyendo para este caso que a mayor tiempo y mayor

temperatura empleada se obtiene un mayor rendimiento. 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 hay presencia de pectina. 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 mayor rendimiento.

En este trabajo se confirma la relación 1:3 m:v para las extracciones y se aporta otra relación posible (1:5 m:v), también aporta parte de la metodología para las tres extracciones empleadas en el presente trabajo especial de grado, adicionalmente se resalta que el solvente empleado es un alcohol y que puede arrojar buenos rendimientos en la extracción, y por último, nuevamente se emplea la técnica de espectroscopia de infrarrojo para la caracterización de los extractos obtenidos.

MARCO TEÓRICO

En esta sección se muestra el conjunto de conceptos y proposiciones que constituyen un enfoque determinado y está dirigido a explicar el fenómeno planteado. Esta sección está dividida en función de los tópicos que integran la obtención del extracto de aloe vera rico en pectina.

II.1 ALOE VERA

Los botánicos precisan que el áloe vera es una planta fanerógama (con flores visibles), angiosperma (sus semillas se encuentran en la flor) de la familia de los liliáceos que pertenece a la especie de plantas crasas o suculentas. Sus flores, repartidas en una o varias astas, parecen pequeñas trompetas de un color que va del blanco verdoso al rojo, pasando por el amarillo y el naranja. Sus hojas carnosas y quebradizas adornadas con púas crecen en forma de roseta espiral alrededor del tallo. La reproducción del áloe se realiza o bien con las semillas (los pájaros y los insectos favorecen la polinización natural), o bien por los renuevos (clonos) que brotan alrededor de su pie (Schwizer, 1994).

II.1.3 Estructura celular del tejido

En la Figura Nº1, se observa la forma característica de una hoja madura de la planta de Aloe vera, y en la figura anidada se muestra un corte transversal ampliado de la sección indicada en el rectángulo, donde se distinguen claramente dos partes de la hoja; una corteza externa gruesa de color verde (piel) y una abundante pulpa interna (gel), constituida mayoritariamente de agua, ya que la materia seca sólo representa un 0,9 %.

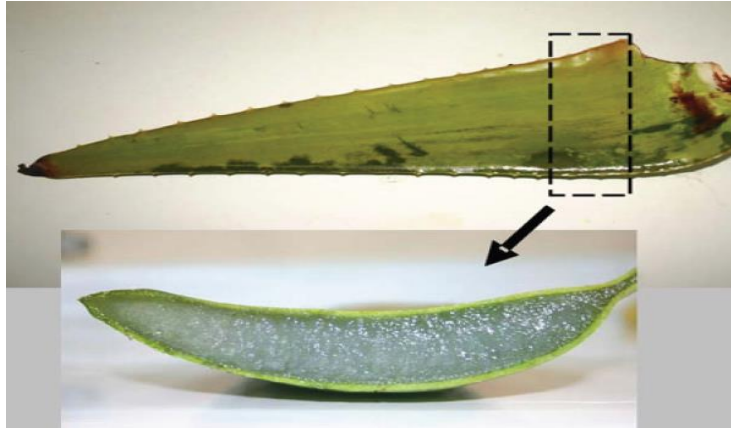


Figura N° 1: Hoja entera y corte transversal de Aloe Vera (Vega, Ampuero, & Díaz, 2005)

II.1.4 Composición del Gel de Aloe Vera

El gel de Aloe vera contiene alrededor de 98,5% de agua, es rico en mucílagos. Los mucílagos se caracterizan por estar formados por ácidos galacturónicos, glucorónicos y unidos a azúcares como glucosa, galactosa y arabinosa. También están presentes otros polisacáridos con alto contenido en ácidos galacturónicos, fructosa y otros azúcares hidrolizables. Químicamente se caracteriza por la presencia de compuestos fenólicos de gran poder antioxidante, que son generalmente clasificados en dos grupos principales: las cromonas y las antraquinonas. Las cromonas son componentes bioactivos en fuentes naturales, se utilizan como antiinflamatorios y antibióticos. Las antraquinonas son compuestos aromáticos polihidroxilados, que constituyen el numeroso grupo de sustancias polifenólicas que conforman la base y la fuente de una importante cantidad de colorantes.

Varios polisacáridos han sido detectados y aislados desde la pulpa del Aloe vera, incluyendo manosa, galactosa, arabinosa, sustancias pécticas y ácido glucurónico. Estudios han identificado a la manosa como el azúcar más importante presente en el gel de Aloe vera, mientras que otros estudios han reportado la ausencia de este azúcar, encontrando a su vez a las sustancias pécticas como el

mayor componente. Las discrepancias señaladas se deben principalmente a los diferentes lugares geográficos en donde se desarrolla la planta de Aloe vera (Vega, Ampuero, & Díaz, 2005).

II.2 PECTINAS

Son polisacáridos heterogéneos, ramificados y altamente hidratados, con un grupo de residuos galacturónico de cadenas de 300 a 1000 unidades, unidos por enlaces que se intercambian con la hexosa ramnosa (Voet, Voet, & Pratt, 2007). En la Figura N°2 se muestra una molécula de pectina:

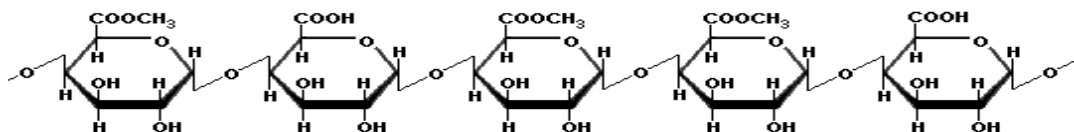


Figura N° 2: Cadena del ácido galacturónico (pectina) (Voet, Voet, & Pratt, 2007)

Estas macromoléculas son altamente hidrofílicas que pueden absorber agua cien y hasta quinientas veces su propio peso (Camejo, Ferrer & otros, 1996). La pectina puede encontrarse de dos maneras en los alimentos, de forma simple cuando se concentra en pequeñas cantidades y en forma de gel cuando está en grandes dosis. Estos compuestos tienen propiedades de formar gel en un medio ácido, que conjuntamente con azúcares polihidrolizados, son utilizados en la industria alimenticia como agente gelificante y espesante, en la industria farmacéutica, cuando se requiere modificar la viscosidad en sus productos; y también como inhibidor en la formación de hidratos de carbono, en los procesos de explotación de gas natural (Abzueta, Cardinale & otros, 2012).

II.3 EXTRACCIÓN

Se define como extracción, específicamente la extracción con solventes, a aquella técnica que se emplea cuando se tiene una mezcla de materiales y se quiere

separar de entre ellos un material específico que es soluble. En este caso, aplicando un solvente a esta mezcla, el material soluble pasa a la disolución y por lo tanto se puede retirar con el solvente de la mezcla restante. El fundamento es común para todos los mecanismos de extracción con solventes, y solo varía de uno a otro el equipo utilizado y la técnica empleada posteriormente para separar el material soluble del solvente (McMurry, 2008).

II.3.1 Extracción Convencional (Soxhlet).

La extracción convencional se basa en la técnica de arrastre con vapor, ésta trabaja con un solvente inicialmente en estado líquido y a presión atmosférica, eleva su temperatura superando el punto de ebullición, cambia a estado gaseoso para permitir que el vapor penetre en el interior de la materia vegetal y así extraer los componentes de su interior por diferencia de concentración. El material vegetal y el solvente en estado líquido inicialmente no se encuentran en contacto directo, por esta razón, la tasa de saturación del solvente es baja y el rendimiento del método es alto (Guarnizo & Martinez, 2008). A continuación se presenta la Figura N°3, donde se muestra el equipo de Extracción Convencional con el extractor tipo Soxhlet.

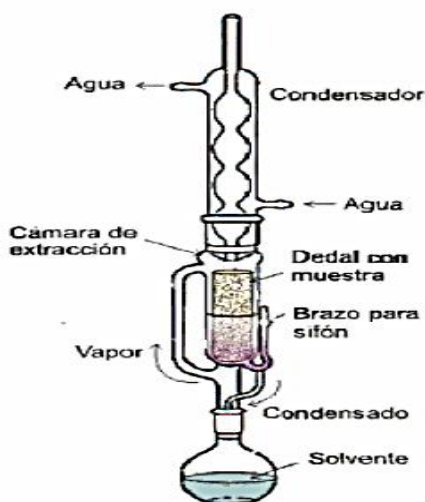


Figura N° 3: Extractor tipo Soxhlet (Guarnizo & Martinez, 2008)

II.3.2 Extracción Asistida Por Microondas (EAM)

La extracción asistida por microondas se basa en el uso de esta energía para conseguir que los compuestos de interés pasen de la muestra a un disolvente adecuado (Burgos & Alvarez, 2012). En esta técnica de extracción tiene como principio fundamental poner en contacto directo la materia prima de extracción con el solvente seleccionado, que 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 de la materia prima. Los parámetros que afectan la eficacia de la extracción son la naturaleza del disolvente, la temperatura, la potencia, el tiempo de extracción y la naturaleza de la matriz (Chagala Magdaleno, 2012).

II.3.3 Extracción Asistida Con 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 expansión y compresión 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 & 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 (Azuola & Vargas, 2007).

II.4 CARACTERIZACIÓN POR ESPECTROSCOPIA DE INFRARROJO

Las técnicas de caracterización, permiten obtener información y datos específicos de las sustancias o compuestos químicos de interés. Una de estas técnicas es la espectroscopia de infrarrojo, también llamado IR. Esta técnica se basa en la absorción de radiación IR por las moléculas en vibración. Una molécula absorberá la energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que se dé una transición vibracional de la molécula. Es decir, la molécula comienza a vibrar de una determinada manera, gracias a la energía que se le suministra mediante luz infrarroja (McMurry, 2008). Se genera una curva de transmitancia en función de la frecuencia, permitiendo identificar los compuestos, pero sobre todo los grupos funcionales contenidos en una muestra (Bolívar, 2010).

CAPÍTULO III

MARCO METODOLÓGICO

En este capítulo se muestran las estrategias que se emplean para alcanzar los objetivos propuestos, describiendo los detalles específicos de las técnicas y procedimientos empleados en la ejecución de los ensayos experimentales que guardan relación con la presente investigación.

La metodología empleada se basa en el tipo de investigación proyecto factible, definido por (Jáñez , 2008; 125 p.); "... aquella investigación que está sustentada en un modelo operativo realizable que ha de ser orientada a resolver un problema planteado o a satisfacer las necesidades de una institución o campo de interés regional, bien nacional o bien internacional..." Se desarrolla con un nivel descriptivo, definido como aquel que caracteriza un hecho, fenómeno o supuesto, con la finalidad de describir profundamente su estructura y/o comportamiento (Arias, 1999). Por otra parte, se somete el objeto de estudio a determinadas condiciones o estímulos para observar los efectos que se producen utilizando como estrategia la experimentación. La Figura N°4 muestra un esquema general de la metodología de trabajo empleada para el cumplimiento de los objetivos propuestos.

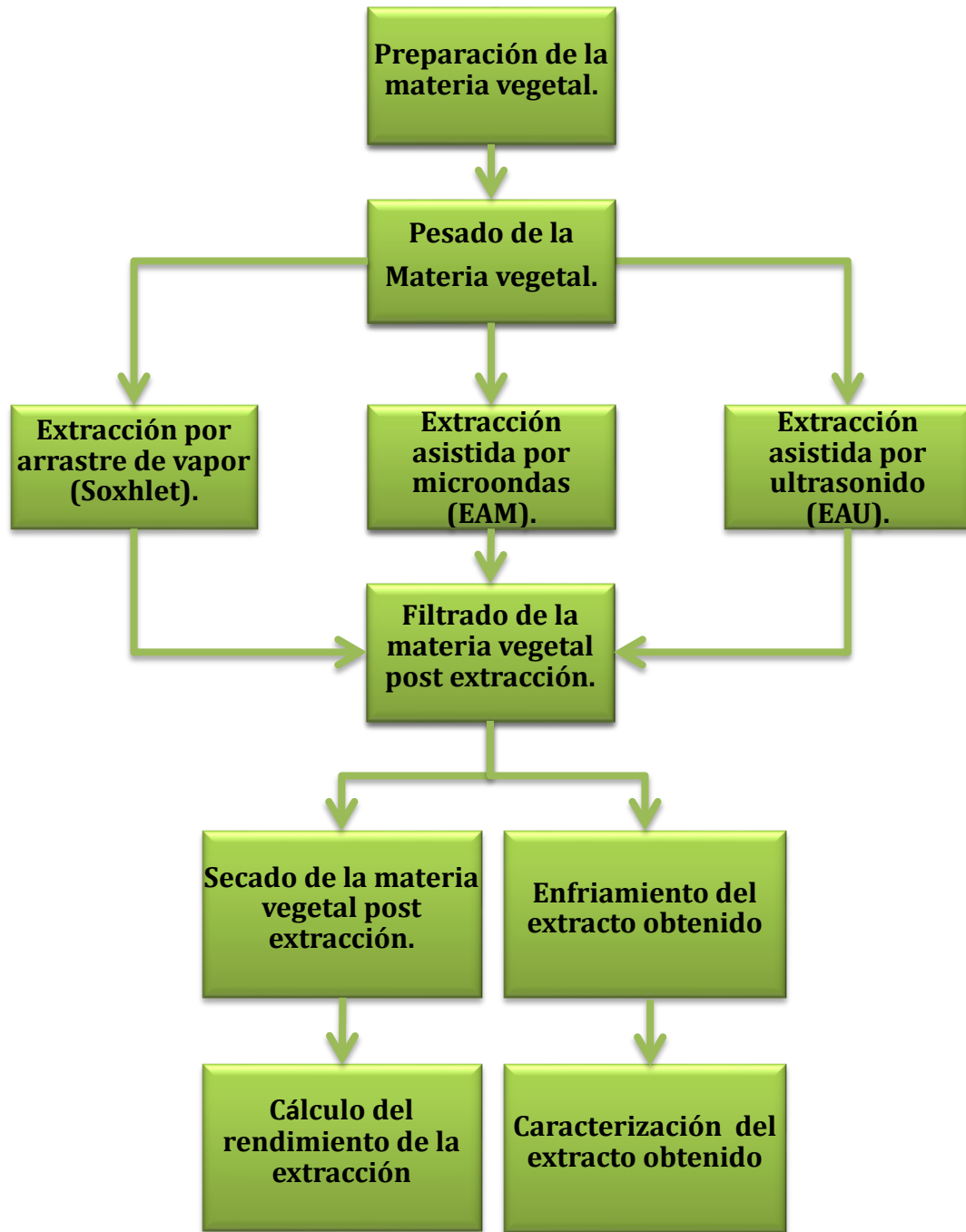


Figura N° 4: Esquema general de la metodología empleada en el presente trabajo especial de grado

III.1 PREPARACIÓN DE LA MATERIA VEGETAL

- Se selecciona la especie Aloe Barbadensis Miller (Aloe Vera). Se requiere que la planta esté madura, con una longitud de hoja de más de 40 cm y color verde uniforme.
- Se cortan las hojas y se separa la concha del cristal, lavando el mismo con agua destilada para eliminar la aloína y obtener el cristal limpio.
- Se cortan los cristales en tamaños aproximadamente iguales, cubos de 0,7 cm de lado para todas las técnicas.

III.2 EXTRACCIÓN TIPO SOXHLET

Para la extracción de la pectina por arrastre de vapor, es necesario operar un equipo tipo Soxhlet (Figura N° 11), ubicado en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad Central de Venezuela, mediante el siguiente procedimiento:

- Se realiza el montaje del equipo, ajustándolo a las condiciones de operación de presión y temperatura, además se ajusta la potencia a 40% en la manta de calentamiento, para volatizar sólo el solvente y no degradar la materia vegetal (Domínguez, 2011).
- Se necesita una carga inicial de materia vegetal de 25 g, para ocupar el volumen máximo del cartucho Soxhlet.
- Se colocan en un balón de destilación, 100 mL de solvente, junto con 6 perlas de ebullición.
- La extracción se realiza en un tiempo de 24 horas (tiempo estándar).
- Se recolecta el extracto obtenido de cada extracción y se almacenan en envases de color ámbar para evitar la degradación u oxidación de los compuestos, y luego se llevan inmediatamente a refrigeración (Guarnizo & Martinez, 2008).
- La materia vegetal restante se filtra y se lleva a la estufa por 24 horas para asegurar el correcto secado de la misma (Guarnizo & Martinez, 2008) y así determinar el rendimiento haciendo uso de la Ecuación 1

$$\%Rendimiento = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad \text{Ecuación 1}$$

En vista de que la materia vegetal posee un alto porcentaje de humedad relativa, en esta ecuación se debe considerar la misma a fin de evitar asumir que no

se evapora materia vegetal durante el secado y que la misma está contenida en el extracto. Por eso se modifica la ecuación 1 y se emplea para los cálculos de extracción la ecuación 2

$$\%Rendimiento = \frac{(m_o(1-H_r)-m_f)}{m_o(1-H_r)} \times 100 \quad \text{Ecuación 2}$$

Dónde:

%Rendimiento= Valor Porcentual de Rendimiento (%).

m_f = masa final luego del proceso de extracción (g).

m_o = masa de materia vegetal antes de la extracción (g).

H_r = humedad relativa de la materia vegetal (97%=0,97)

- Se repite el proceso con los distintos solventes (agua, isopropanol, hexano y tolueno,) y se calcula el rendimiento con la Ecuación 1. El mejor solvente seleccionado es aquel que reporta el mayor rendimiento.

III.3 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS

Es necesario operar un equipo de microondas comercial (Figura N° 12), el mismo se encuentra en el Módulo III de la Escuela de Ingeniería Química, en la Universidad Central de Venezuela, el procedimiento empleado es el siguiente:

- Se selecciona como solvente el obtenido en la técnica de Extracción Convencional.
- Se determina el tiempo de ebullición del solvente operando el equipo con una potencia de 100%, midiendo el tiempo en que tardan físicamente en aparecer las primeras burbujas de ebullición del solvente.
- Se trabaja con una carga inicial de materia vegetal de 15 gramos.
- Se determina la relación soluto-solvente (1:3 ó 1:5 m:v) con la que se realiza la extracción (Guidi & Arandia Quiroga, 2010).
- La extracción se realiza colocando la materia vegetal en un beacker junto con el solvente y se coloca el tiempo obtenido para alcanzar el punto de ebullición del solvente, trabajando el microondas con una potencia de 100%.

- Se repite el paso anterior haciendo un barrido de potencia que varía en 20% por experimento para comparar los rangos entre 0% y 100%.
- La selección de la mejor potencia es la que reporta el mayor valor de rendimiento obtenido.

III.4 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO

Para la extracción de la pectina, es necesario operar el equipo de Ultrasonido, dicho equipo se encuentra en el Módulo III (Figura N° 13) de la Escuela de Ingeniería Química en la Universidad Central de Venezuela.

- Se selecciona como solvente el obtenido en la técnica de Extracción Convencional (Soxhlet).
- Se trabaja con la relación materia vegetal-solvente con la que se obtenga el mayor rendimiento en la técnica de Extracción Asistida por Microondas.
- Se trabaja con una carga inicial de materia vegetal de 20 gramos.
- Se trabaja con varias temperaturas (Temperatura ambiente, 30 y 60 °C), en un periodo de 15 minutos para todas las temperaturas empleadas.
- Se filtra la muestra para separar la materia vegetal del solvente, y luego se lleva a la estufa por 24 horas para asegurar el correcto secado de la materia vegetal y así medir el rendimiento a través de la Ecuación 1.
- Se selecciona como mejor temperatura, aquella que reporte el mayor rendimiento del extracto obtenido.

III.5 CARACTERIZACION DE LOS EXTRACTOS

El método de caracterización empleado con el fin de identificar la composición química de los compuestos presentes en los extractos obtenidos, es el análisis por Espectroscopia de Infrarrojo (IR) dicho análisis se realiza en el Laboratorio de Síntesis y Caracterización de Nuevos Materiales del Centro de Química, en el Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC), por el personal de dicho laboratorio a los que se les suministra los extractos a analizar. El laboratorio dispone de un espectrofotómetro Vertex 70 de Bruker para espectroscopias por transformada de Fourier. Permite el registro de espectros FT-IR de muestras sólidas, líquidas y gaseosas en el rango de infrarrojo medio y cercano,

ampliado a la región visible hasta 400 nm. Este equipo dispone de un módulo de microscopía con el que pueden registrarse espectros micro-FTIR de muestras sólidas y líquidas. Puede trabajar en dos modalidades distintas; Transmisión y Reflectancia Total Atenuada (ATR).

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 el gel de Aloe Vera con su respectivo análisis y discusión, evaluando las condiciones de trabajo y demostrando así el logro de los objetivos planteados en el presente 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 cristal de Aloe Vera, la especie Aloe Barbadensis Miller. La planta empleada se encontraba en estado de maduración completa, las hojas fueron peladas y despulpadas para obtener el cristal limpio, el mismo fue cortado en tamaños aproximadamente iguales (cubos de aproximadamente 0.7 cm de lado). A continuación, en la tabla 1, se presentan las características organolépticas de la materia vegetal.

Tabla 1: Características organolépticas de la materia vegetal.

Característica de la materia vegetal	Especificación
Condición de la materia prima	Cristal de Aloe Vera
Género y variedad de la materia prima	Aloe Barbadensis Miller
Color	Incoloro
Olor	Vegetal aromático
Tamaño	Cubos de 0,7cm de lado
Humedad de la materia prima (% p/p)±0.01	97,02 %

IV.2 CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA

La caracterización fisicoquímica de los solventes empleados se basó en la medición de las densidades de los diferentes solventes empleados, esto con la finalidad de evidenciar los cambios de los distintos solventes luego de interactuar con la materia vegetal. En la Tabla 2 se presentan las características físicas y químicas.

Tabla 2: Características fisicoquímicas de los solventes y los extractos respectivos.

Solvente	Características del solvente	Densidad del solvente (g/cm³) ± 0,001	Características del extracto
Agua	Líquido Incoloro	1,000	Líquido ámbar oscuro
Hexano	Líquido Incoloro	0,660	Líquido ámbar claro
Tolueno	Líquido Incoloro	0,867	Líquido ámbar claro
Isopropanol	Líquido Incoloro	0,786	Líquido ámbar claro

IV.3 ANÁLISIS DE RENDIMIENTO

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

IV.4 EXTRACCIÓN POR ARRASTRE DE VAPOR (SOXHLET)

IV.4.1 Condición de la Materia Vegetal

Se realizaron dos (2) pruebas preliminares con el equipo de extracción tipo Soxhlet, con la materia seca y la materia húmeda, usando como solvente agua, esto con la finalidad de determinar la mejor condición de humedad del cristal de Aloe

para obtener el extracto, para el caso de la materia vegetal húmeda la materia una vez cortada se pesó y luego paso directo a extracción, para el caso de la materia vegetal seca, una vez cortada la materia vegetal se llevó a la estufa a secarse a 60°C durante 24 horas. A continuación se presentan en la Tabla 3, los resultados obtenidos:

Tabla 3: Rendimiento de extracción evaluando la condición de humedad de la materia vegetal.

Condición de la materia vegetal	Rendimiento (% p/p) ± 0,01
Cristal húmedo	78,85 %
Cristal seco	78,32 %

En la tabla 3 se observa que existe poca diferencia entre ambos rendimientos con alrededor de 0,5 % de diferencia y la misma se debe posiblemente a que para el caso de la materia vegetal seca se formó una capa superficial que dificultó la penetración del solvente en el interior de la materia vegetal evitando extraer gran cantidad de componentes, esta capa se formó probablemente debido a una propiedad de la planta de “auto curarse” por alguna incisión hecha en la misma y estar en presencia de calor, este es un mecanismo propio de la planta en el que actúan polisacáridos y la aloína presentes en la misma para evitar perder humedad (Schwizer, 1994).

Por otra parte la materia vegetal seca, después de secarse antes de realizar la extracción se pudo observar el deterioro de sus propiedades, desprendía un olor fuerte a vegetal deteriorado y cambio su color a ámbar oscuro, esto quizá fue motivado por una incorrecta relación tiempo-temperatura empleada para el secado, tratándose de una materia vegetal con alto porcentaje de humedad, la temperatura y el tiempo de secado son variables a optimizar para evitar el deterioro de la matriz como se pudo notar durante los experimentos.

Después de la extracción parte de la capa aún se encontraba en los cristales y el olor había desaparecido, a diferencia de la materia húmeda donde no se observó capa alguna e incluso las moléculas de agua contenidas en la matriz vegetal posiblemente ayudaron a promover la solubilización de los diferentes compuestos presentes en el cristal de Aloe Vera en el solvente.

La poca diferencia que existe entre los rendimientos no permite utilizar únicamente este indicador para definir el estado del cristal para la obtención del extracto, pero apoyándose en el comportamiento de la materia vegetal al degradarse por el secado, permite definir que debe ser húmedo, y el mismo es usado en las diferentes técnicas aplicadas en este Trabajo Especial de Grado, además al considerar la naturaleza de esta materia vegetal, muchas de las propiedades de la misma se pierden con la adición de calor, por otra parte, también se debe tomar en cuenta el costo energético asociado al secado de la misma, razón importante a considerar en la selección de la condición.

En función de esta selección, por tratarse de una materia vegetal con alto porcentaje de humedad, el rendimiento está fuertemente influenciado por esta propiedad, por esta razón se considera la humedad relativa de la materia vegetal en la ecuación para el cálculo del rendimiento (Ecuación 1), siendo restada de la masa inicial.

IV.4.2 Selección del Mejor Solvente de Extracción

Aplicando la técnica de extracción tipo Soxhlet, se llevó a cabo el análisis de rendimiento donde se seleccionó como el mejor solvente a aquel de mejor rendimiento obtenido. A continuación se presenta la Tabla 4, con los solventes empleados y sus respectivos valores de rendimiento.

Tabla 4: Rendimientos de extracción para los diferentes solventes empleando la técnica de extracción Soxhlet.

Solvente	Rendimiento (% p/p) $\pm 0,01$
Tolueno	73,68 %
Hexano	76,75 %
Agua	78,85 %
Isopropanol	79,05 %

Se observa en la tabla 4 un alto orden de magnitud en todas las extracciones con los diferentes solventes (todas sobre el 70%) demostrando que se obtienen resultados satisfactorios en cuanto a extracción, sin embargo se debe tomar en cuenta la calidad del extracto obtenido, el comportamiento del solvente durante la extracción y para que se quiere utilizar el extracto.

Para el caso del tolueno, a pesar de tener el menor de los rendimientos no deja de tener un elevado orden de magnitud, empleando este solvente se presentó una baja oxidación visual del extracto mostrando que conserva muchas propiedades de sus componentes, sin embargo es un solvente tóxico que no puede ser utilizado en la industria de alimentos, farmacéutica o cosmética. El hexano fue el único de los solventes que mostró una separación de fases, esto se debe a que quizá como es un solvente no polar, extrajo los componentes de la materia vegetal sin mezclarse con ellos, tal vez entre estos componentes extraídos se encuentre la pectina, que como es de moléculas polares, puede encontrarse en mayor proporción en la fase pobre en el solvente, esto garantiza una gran capacidad de recuperación del solvente, además si pretende utilizarse este extracto para inhibir corrosión de tuberías de acero y formación de hidratos de carbono, este extracto cumple con las características para tal operación.

El agua por otra parte obtuvo uno de los mayores rendimientos, esto posiblemente se deba a que la naturaleza de este solvente universal es muy compatible con la naturaleza de los componentes del aloe vera, pero a pesar de esto el extracto obtenido es el que mayor oxidación visual mostró, por lo que gran cantidad de las propiedades del extracto se desactivaron al extraerlos. El alcohol isopropílico logró el mayor rendimiento de extracción de los solventes empleados, pero el extracto correspondiente mostro alta oxidación. Si comparamos el extracto obtenido con el isopropanol con el obtenido con el hexano, un posterior proceso de separación del solvente y el componente deseado sería mucho más difícil y por lo tanto más costoso separarlo del isopropanol que el utilizado para separarlo del hexano. En función de todas estas observaciones se seleccionó al hexano como el mejor de los solventes empleados en esta investigación para llevar a cabo la obtención del extracto de aloe vera.

En la figura N° 5, se presentan los extractos obtenidos para los diferentes solventes empleados, mostrando la coloración que se obtuvo en cada extracto, en el caso del hexano se muestra en el fondo del tubo de ensayo una pequeña fase de color amarillo que corresponde a la fase rica en componentes del Aloe Vera, demostrando lo mencionado anteriormente que existe una separación de fases.

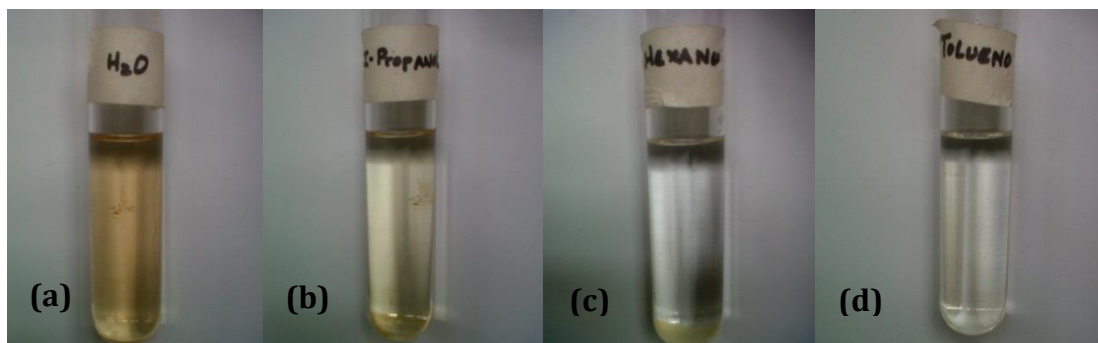


Figura N° 5: Extractos de aloe vera empleando los solventes; agua (a), Isopropanol (b), hexano (c) y tolueno (d).

IV.5 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM)

IV.5.1 Tiempo de Exposición Límite del Solvente

Empleando la técnica de Extracción Asistida por Microondas se determinó el tiempo en que el solvente seleccionado en la Extracción Soxhlet (Hexano) llega al punto de ebullición, tiempo en el que comenzaron a aparecer las primeras burbujas de vapor, ajustando la potencia del equipo en 100%, esto ocurrió a los **13 segundos** de dar inicio al equipo, debido a la rápida transferencia de calor que se lleva a cabo por las fricciones moleculares generados por la rápida orientación de las moléculas polares y su retorno al estado inicial de desorden.

Por otra parte, para la extracción llevada a cabo en esta investigación, la naturaleza de la materia vegetal es un parámetro que se impone, la cantidad de agua que contiene la materia vegetal afecta la transferencia de los componentes de la misma hacia el solvente, en este caso el agua tiene una constante dieléctrica mayor que el hexano, aquellos solventes que tienen una elevada constante dieléctrica experimentan una elevada temperatura, aumentando la difusividad, mientras que los solventes con una baja constante dieléctrica prácticamente no son calentados, actuando simplemente como solubilizadores de los analitos y la matriz sólo se calienta gracias a la presencia de agua en su estructura.

IV.5.2 Relación masa volumen de la Materia Vegetal y el Solvente

Una vez determinado el tiempo de exposición límite del solvente (hexano), se procedió a evaluar la relación masa:volumen de la materia vegetal y el solvente respectivamente para llevar a cabo la extracción, se probaron las relaciones 1:3 y 1:5 m:v, iniciando con una potencia del equipo microondas de 20% y fue incrementando en 20% hasta llegar a 100% de los 1200 W de potencia del equipo microondas y el tiempo de residencia fijo en 13 s, esto con la finalidad de estudiar el comportamiento del sistema al variar las condiciones de extracción. En la figura N°

6, se puede observar el comportamiento de los valores de rendimiento obtenidos para las relaciones de soluto-solvente:

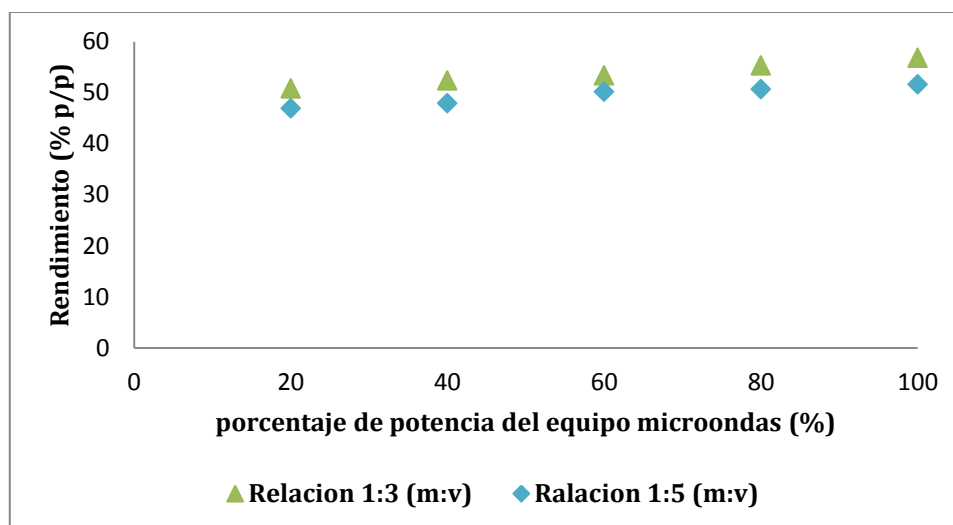


Figura Nº 6: Rendimientos de Extracción con respecto a las potencias de extracción para las relaciones de Materia vegetal-Solvente 1:3 y 1:5 m:v

En la figura Nº 6, se puede observar que existe una tendencia creciente de cada rendimiento al aumentar la potencia de la extracción, esto ocurre para las dos relaciones empleadas (1:3 y 1:5 m:v) Visualizando los rendimientos de la relación 1:3 se encuentra por encima de la curva de la relación 1:5 m:v demostrando que se obtiene mayor rendimiento con la relación soluto-solvente 1:3 m:v; en otras palabras, a menor relación soluto-solvente mayor es el rendimiento obtenido, considerando el fenómeno de transferencia de masa, la velocidad de transferencia es directamente proporcional a la concentración de la muestra al conservar la misma masa del soluto, se puede inferir entonces que el solvente no se satura aun disminuyendo la cantidad del mismo, conservando la misma cantidad de materia vegetal, esto es una ventaja para todos los métodos porque se pueden obtener altos rendimientos con baja cantidad de solvente que permite ahorrar costos.

A continuación se presenta la Tabla 5, en la que se pueden observar los valores de rendimiento obtenidos para cada potencia de trabajo en el equipo de

Extracción Asistida por Microondas, usando hexano como solvente y un tiempo de residencia de 13 segundos para una relación de materia vegetal solvente de 1:3 m:v.

Tabla 5: Rendimiento de la extracción para las potencias empleadas en la EAM a una relación 1:3 m:v.

Potencia (%)	Rendimiento (% p/p) $\pm 0,01$
20	50,80 %
40	52,34 %
60	53,35 %
80	55,33 %
100	56,78 %

En la Tabla 5, se puede observar que para el solvente empleado manteniendo fijo el tiempo de residencia, el rendimiento fue aumentando hasta que se obtuvo el mayor al usar la potencia de 100%; esto se debe posiblemente a que mientras mayor sea la potencia, mayor será el poder de energía y mayor cantidad de “explosiones moleculares” que ocurrirán empleando el mismo tiempo, esto genera mayor poder de penetración del solvente en la materia vegetal para extraer los componentes deseados. La difusividad del compuesto es inversamente proporcional a la viscosidad y esta a su vez disminuye con el aumento de temperatura para el caso del hexano.

Para el resto de las potencias empleadas en el equipo de Extracción Asistida por Microondas, se puede observar que el rendimiento tiene una tendencia creciente tanto para la relación 1:3 como para la 1:5 m:v, además durante la experiencia se pudo observar el aumento de la formación de burbujas en el solvente a medida que la potencia se incrementaba, esto se debe posiblemente a que para alcanzar el punto de ebullición del solvente en el tiempo límite se necesita una

potencia del 100%, si se trabaja a una menor potencia se tendría que aumentar el tiempo de exposición para alcanzar el punto de ebullición. Por lo tanto para el tiempo de exposición límite empleado, la mejor potencia de extracción es de 100% ya que arroja el mayor rendimiento y por la misma razón la relación materia vegetal-solvente es de 1:3 m:v ya que con esta relación no se satura el solvente.

IV.6 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO

IV.6.1 Temperatura de Extracción

En la técnica de Extracción Asistida por Ultrasonido se empleó el solvente seleccionado en la Extracción Soxhlet (hexano), la relación soluto-solvente (1:3 m:v) resultante de la técnica de Extracción Asistida por Microondas y se procedió a determinar la temperatura de operación según el rendimiento de extracto obtenido, con el cambio de dicha variable. Se realizaron experimentos a temperatura ambiente (27°C), 30°C y 60°C con un tiempo de residencia de 15 minutos, cuyos resultados son mostrados en la Tabla 6:

Tabla 6: Rendimientos de extracción para las diferentes temperaturas de extracción asistida por ultrasonido.

Temperatura (°C)	Rendimiento (%p/p) ± 0,01
27	72,68 %
30	73,13 %
60	74,67 %

Se puede observar que para un mismo tiempo de residencia, el rendimiento del extracto obtenido es directamente proporcional a la temperatura de operación del equipo de Extracción Asistida por Ultrasonido, esto puede deberse a la facilidad con que se rompen las paredes celulares de la materia vegetal por las micro explosiones provocadas por la acción de expansión-compresión generada por el

equipo a nivel molecular (Azuola & Vargas, 2007), facilitando la transferencia de los componentes de la materia vegetal hacia el solvente en la que está sumergido, el aumento de temperatura disminuye la tensión superficial de la materia vegetal y la viscosidad del solvente, lo que facilita aún más la penetración del solvente en el interior de la materia vegetal, por lo tanto, de las temperaturas empleadas en esta experiencia, por el mayor rendimiento arrojado, la temperatura de 60°C es la mejor temperatura de extracción.

IV.7 COMPARACIÓN DE RENDIMIENTOS DE LOS MÉTODOS DE EXTRACCIÓN

Finalmente, se realizó el análisis comparativo a través del estudio de rendimiento con los mayores valores obtenidos de cada una de las técnicas de extracción aplicadas en el presente Trabajo Especial de Grado. A continuación se presenta la Tabla 7, con la técnica de extracción y el mayor valor de rendimiento de cada una de las técnicas:

Tabla 7: Rendimientos de las extracciones para los diferentes métodos empleados en el presente trabajo especial de grado

Método	Rendimiento (% p/p) ± 0,01
Extracción Soxhlet	76,75 %
Extracción Asistida por Microondas	56,78 %
Extracción Asistida por Ultrasonido	74,67 %

En la Tabla 7, se observa que el mayor rendimiento corresponde a la técnica de arrastre con vapor empleando el equipo de extracción tipo Soxhlet con una diferencia de apenas 2 % con respecto a la técnica de extracción asistida por ultrasonido y una diferencia de aproximadamente 20% respecto a la extracción asistida por microondas, estas diferencias son debido a que la técnica por arrastre con vapor inicialmente no se encuentra en contacto directo con el solvente en estado líquido y se degradan menos compuestos de interés con el incremento de la

temperatura de operación. Además, el tiempo de contacto que dispone el solvente fresco para la transferencia de masa de la matriz vegetal logra una extracción elevada de los compuestos afines. Por otra parte, el método requiere un alto consumo de energía asociada a la manta de calentamiento necesaria para volatilizar el solvente en repetidas ocasiones. A pesar de que permite determinar condiciones de extracción es un método que solo se usa a escala de laboratorio, su uso permite aproximar condiciones para la aplicación de otros métodos que si pueden llevarse a escala piloto y quizá industrializarse. Quedando entonces el método de extracción asistida por microondas y el método de extracción asistida por ultrasonido.

La extracción asistida por microondas arroja un menor rendimiento que la extracción asistida por ultrasonido debido a que posiblemente en la extracción con ultrasonidos si existe un calentamiento y vibración uniforme en toda la mezcla lo que permite pasar gran cantidad de componentes de la materia vegetal al solvente mientras que en la extracción asistida por microondas posiblemente existe la presencia de puntos fríos aun presentándose sobrecalentamiento de la muestra y la misma se calienta solo por la presencia del agua en la materia vegetal mostrando una desventaja frente al ultrasonidos. En función de los rendimientos obtenidos se seleccionó el método de extracción asistida por ultrasonidos como el mejor de los métodos empleados

Adicionalmente, se hace la comparación de los costos que acarrea llevar a cabo la EAM y la EAU extracciones que pueden llevarse a escala piloto, para ello se calculó el costo por energía requerida para llevar a cabo cada extracción en función de las condiciones empleadas en el presente trabajo. En las condiciones se tomó como base los 25g de cristal de aloe vera, los tiempos empleados en cada método para procesar esa cantidad de masa y las potencias de los equipos que fueron 13 s, 1200 W y 15 min, 500 w para la EAM y la EAU respectivamente, luego estos costos

se llevaron a una escala industrial tomando como referencia la masa procesada por la industria Barunu Aloe Vera Center y dieron los resultados mostrados en la tabla 8.

Tabla 8: Costo asociado al gasto energético de la EAM y la EAU

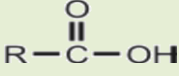
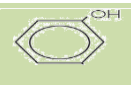
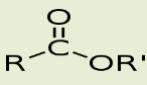
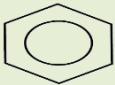
Método	Costo (Bsf/mes) ± 0.001
EAM	8.197
EAU	177.345

Los costos por gasto energético en cada extracción observados Tabla 8 muestran que la extracción asistida por microondas es mucho menor, Se hace evidente la ventaja que tiene el método al tener el menor costo, esto es debido al menor tiempo requerido a pesar de tener mayor potencia de los dos métodos empleados, se están comparando 13 s con respecto a 900 s. Sin embargo una buen ajuste de la relación tiempo temperatura para la extracción asistida por ultrasonido disminuyendo el tiempo de extracción, permitiría disminuir también los costos energéticos asociados a la misma y por lo tanto representa una opción viable para llevar a cabo la obtención de extracto de aloe Vera, pero aun así el método de extracción asistida por microondas siempre tendrá la ventaja ya que se trabaja en muy cortos tiempos. En función del menor costo energético requerido, la EAM es la mejor de las técnicas empleadas en el presente trabajo para ser llevada a escala piloto.

IV.8 CARACTERIZACIÓN DEL MEJOR EXTRACTO OBTENIDO

En esta sección, se analizan mediante la técnica de caracterización de espectroscopia de infrarrojo los grupos funcionales más resaltantes contenidos en el extracto de mayor rendimiento obtenido, para ello es necesario conocer la región del espectro donde se encuentra cada grupo funcional característico, en la Tabla 9 se muestra la región de los grupos funcionales presentes en la muestra.

Tabla 9: Regiones de IR características de algunos grupos funcionales presentes en el extracto de Aloe Vera

Nombre	Estructura molecular	Compuesto característico	Enlace específico	Región del Espectro Infrarrojo (cm^{-1})
Alcanos	C-H_a	Alquilo	C-H	2950-2800
Pectina		Ácido carboxílico esterificado	C=O	1750-1650
Fenol		Alcohol	C-O	1200
Ésteres		Éster	C=O	1750-1735
			C-O	1300-1000
Anillos Aromáticos		Anillo aromático	C-H	1450-1600

En la Tabla 9 se muestran los valores de la longitud del espectro infrarrojo característico para los posibles grupos funcionales presentes en la muestra analizada. Se puede verificar que los alcanos se encuentran en el espectro infrarrojo en la región comprendida entre los 2950 cm^{-1} y 2800 cm^{-1} que los azúcares, la pectina y los ésteres derivados del doble enlace carbono-oxígeno (C=O), se encuentran en el rango comprendido entre 1750 cm^{-1} y 1650 cm^{-1} ; el fenol, y los ésteres derivados del enlace simple carbono-oxígeno (C-O), se ubican en la región del espectro comprendida entre 1300 cm^{-1} y 1100 cm^{-1} (región de huella dactilar) lo que implica que estas son las tres zonas de interés para el análisis de las muestras obtenidas durante el desarrollo del presente trabajo.

A continuación se presenta la Figura N° 7, donde se muestra el espectro de infrarrojo del hexano puro.

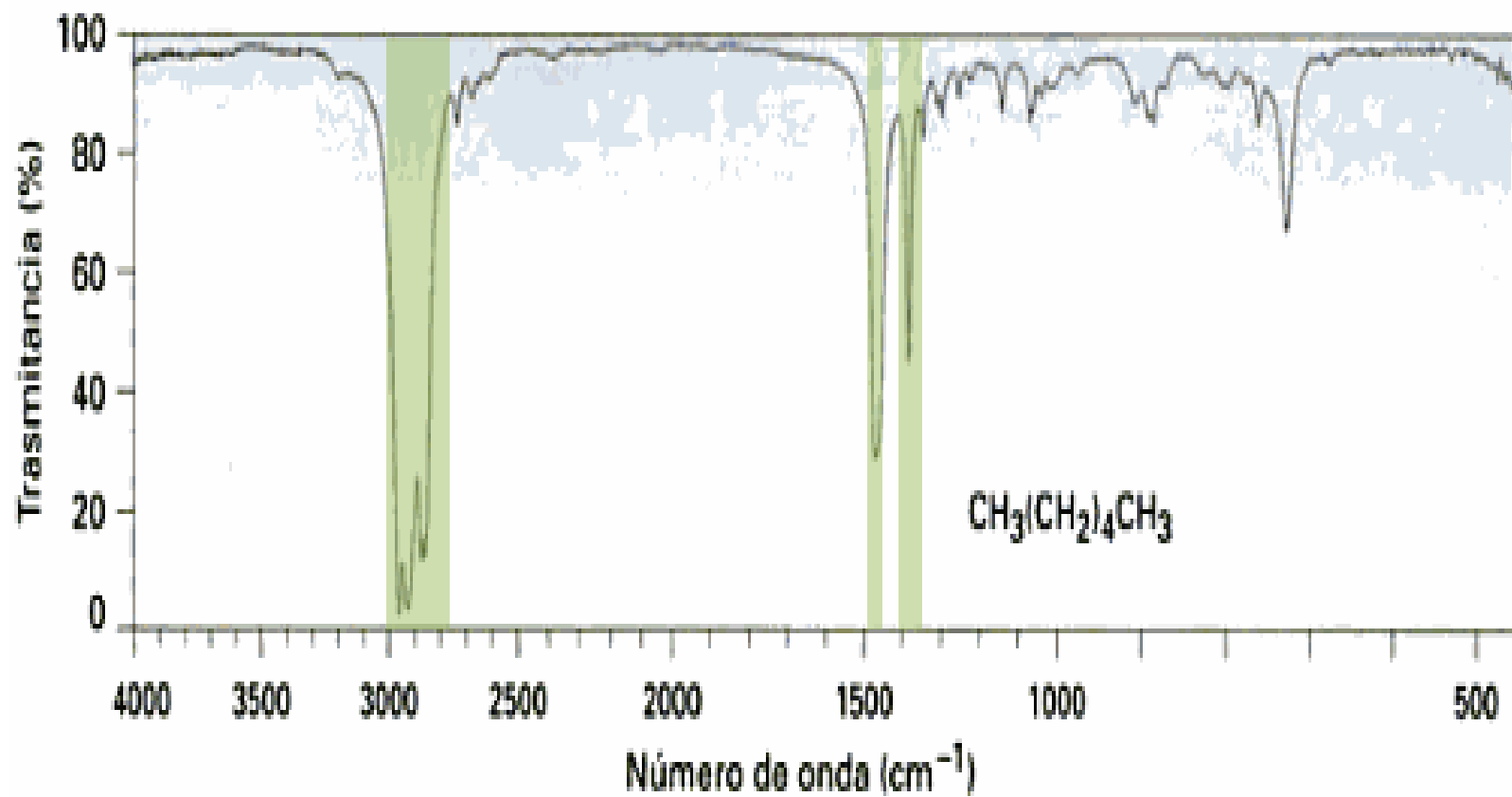


Figura N° 7: Espectro IR del hexano (McMurry, 2008)

En la figura N° 7 se observan los picos característicos de los grupos funcionales presentes en la cadena molecular del hexano, se resaltan tres regiones, la primera que esta alrededor de los 3000 cm^{-1} , en esta banda ocurren las absorciones por tensión de los enlaces C-H, la segunda región alrededor de los 1475 cm^{-1} donde se observan un pico referido a las vibraciones de flexión de los enlaces C-H, mientras que los metilos producen una banda alrededor de 1375 cm^{-1} debida a la vibración de flexión de enlace.

A continuación en la figura N° 8 se muestra el espectro de infrarrojo del extracto de aloe industrial, obtenido a partir del cristal de aloe vera

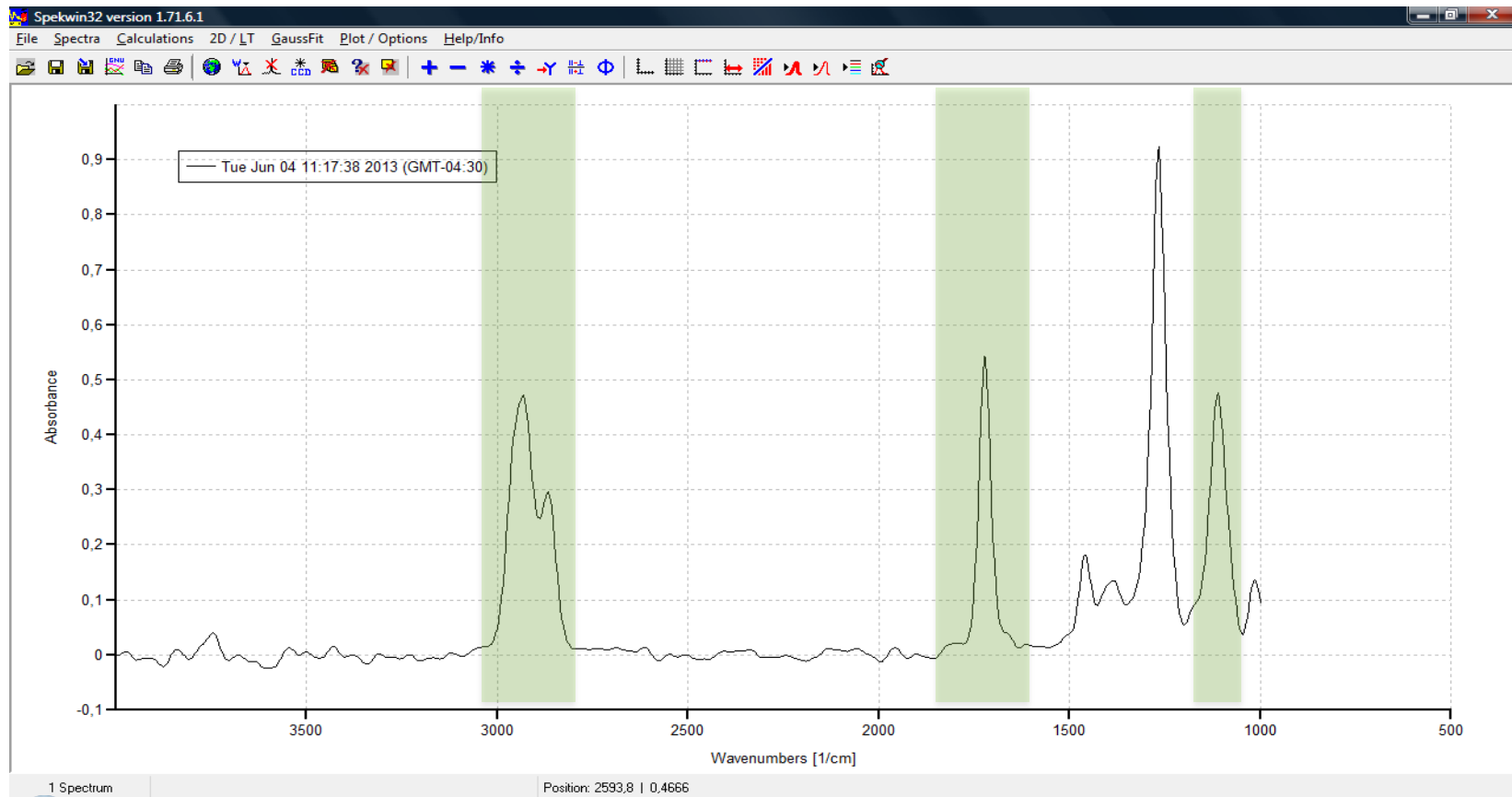


Figura N° 8: Espectro de infrarrojo del extracto de Aloe Vera Industrial

Se observa un pico definido en los 1750 cm^{-1} que es el de mayor interés en la presente investigación, que pertenece a la pectina y se confirma con un pico en la banda de absorción por flexión de enlace a los 1030 cm^{-1} . También se observan otros picos a los 3000 y 2800 cm^{-1} pertenecientes a absorción de enlaces O-H (posiblemente alcoholes) y enlaces C-H. Por otra parte, al haber un pico tan pronunciado a los 1750 cm^{-1} indica que la pectina contenida en este extracto es de alto metóxilo (Vasquez, Ruesga, D'addosio, Páez, & Marín, 2008).

En la figura N° 9 se presenta el espectro infrarrojo del extracto de aloe vera obtenido mediante la técnica por arrastre de vapor (Soxhlet).

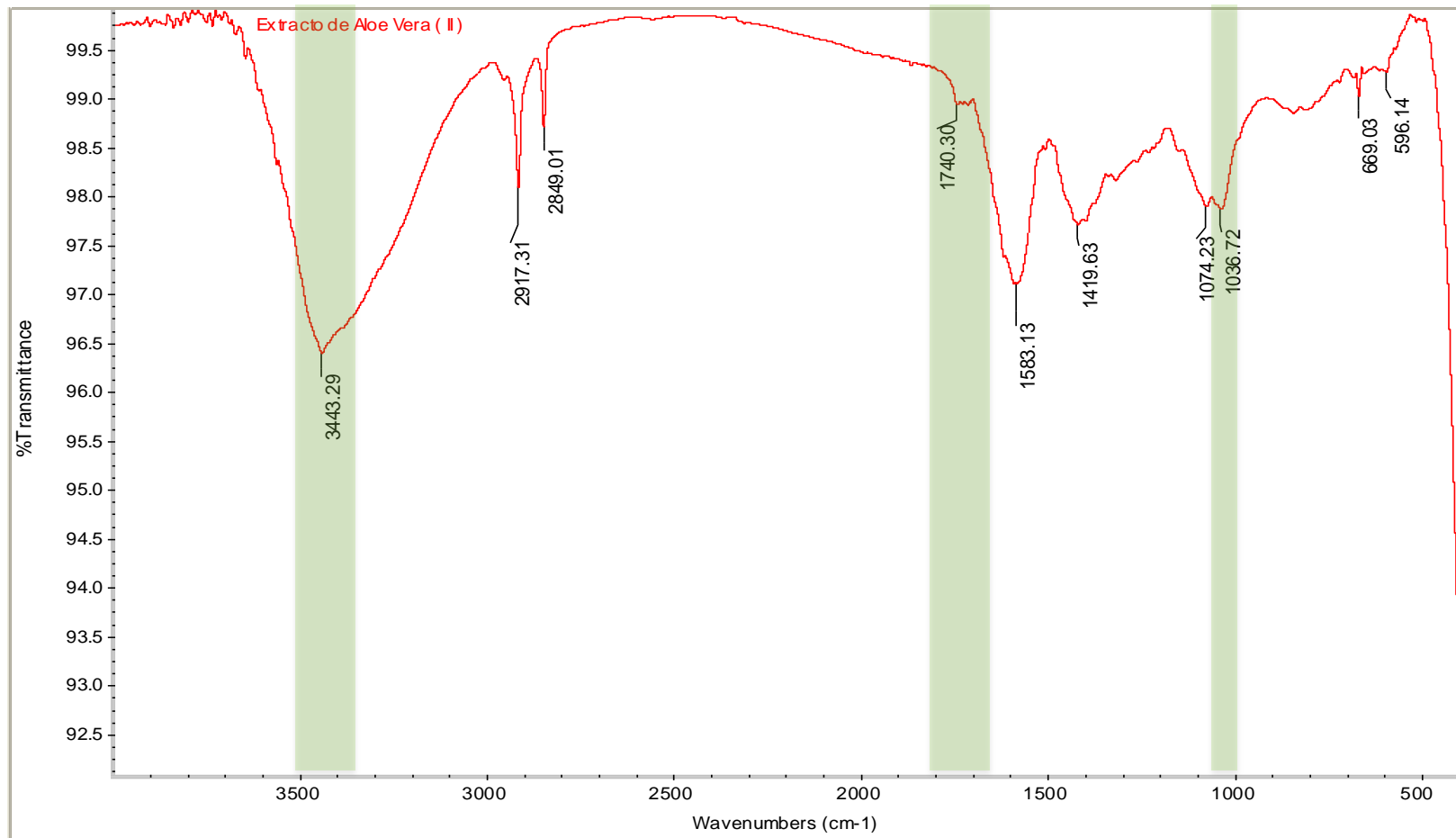


Figura Nº 9: Espectro de Infrarrojo del extracto de aloe vera, obtenido en el presente trabajo especial de grado mediante la extracción Soxhlet

En el espectro se resaltan tres regiones de interés para la presente investigación, una se resalta alrededor de los 1740 cm^{-1} que representa a la pectina (entre los 1750 y 1650 cm^{-1}), mostrando la presencia de pectina de alto metóxilo, que tiene una absorción por flexión de enlace a los 1036 cm^{-1} que es otra de las regiones resaltadas. Seguidamente se observa un área alrededor de los 3400 cm^{-1} resaltándose un pico a los 3443 cm^{-1} que representa la absorción por tensión del enlace carbono-hidrógeno característico del hexano, que es el solvente empleado en la extracción.

De estos espectros se demuestra la posibilidad de llevar a cabo la extracción realizada para la obtención de pectina (la Extracción Soxhlet), a pesar de diferir en sus características básicas (solvente y otros componentes), al emplear esta técnica se obtienen espectros del extracto con picos semejantes, es notoria la diferencia en la cantidad de la pectina obtenida, ya que en el extracto industrial el pico de la pectina es mucho más pronunciado que el obtenido en el presente trabajo especial, pero se cumple con el objetivo principal que es demostrar su presencia en el extracto y además que es de buena calidad.

IV.9 ANÁLISIS ALTERNO DE LA PRESENCIA DE PECTINA EN LA MUESTRA

Como análisis alternativo para evidenciar la presencia de la pectina, se llevó a cabo una prueba visual en el extracto al agregarle metanol al mismo, se esperó que la muestra cambiara de color ámbar claro a blanco y que existiera un cambio en la viscosidad del mismo que indica la presencia de la pectina, reacción que ocurrió al agregarle el metanol y el resultado se observa en la figura N° 10

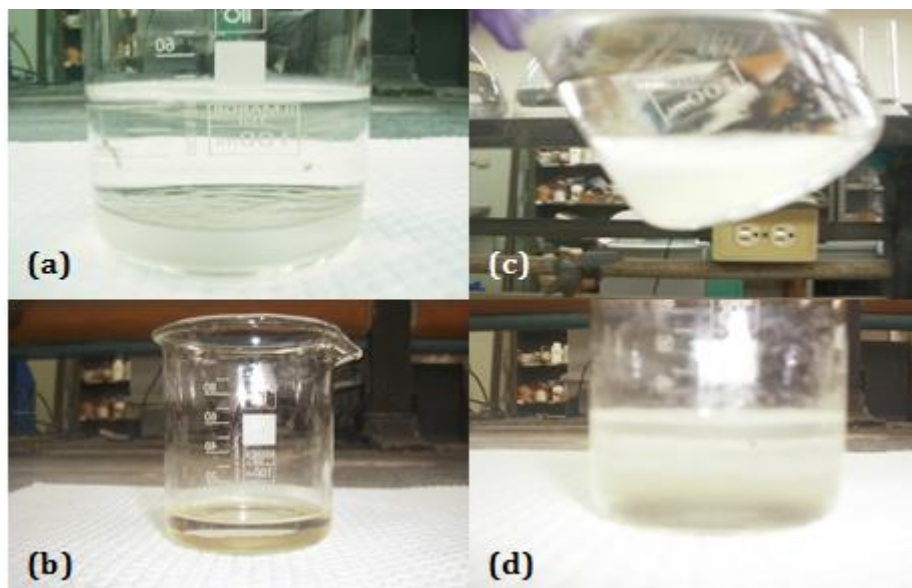


Figura N° 10: Extracto antes de realizar la prueba visual ((a) y (b)) y después de realizar la misma ((c) y (d)).

Los sectores a y b representan el estado previo de agregarle el metanol y los sectores c y d son los estados respectivos después de agregar el metanol. Se agregaron 10 ml de etanol a las dos muestras empleadas cambiando a color blanco y la capa parecía más viscosa, como un gel. Evidenciando entonces la existencia de la pectina en el extracto de aloe vera obtenido empleando hexano como solvente.

CAPÍTULO V

CONCLUSIONES

En base a los objetivos planteados en el presente trabajo especial de grado, se presentan a continuación las conclusiones de la obtención de extracto de Aloe Vera empleando el cristal como materia vegetal base.

- La condición de la materia vegetal que permitió obtener el mayor rendimiento de las extracciones del presente trabajo especial, es húmeda.
- Aunque el rendimiento empleando la materia vegetal seca fue menor no se descarta para llevar a cabo posteriores estudios para la obtención de extracto, ya que la humedad de la materia vegetal influye mucho en el rendimiento de la extracción.
- El mejor solvente seleccionado para llevar a cabo las extracciones fue el hexano.
- Empleando el hexano como solvente se logra una separación de fases donde una de ellas es rica en pectina y la otra es rica en el solvente.
- El tiempo de exposición límite de la extracción asistida por microondas del solvente seleccionado como el mejor, de los empleados en el presente trabajo especial (hexano) fue de 13 segundos.
- La mejor relación de materia vegetal-solvente, empleando la extracción asistida por microondas fue de 1:3 m:v.
- Para las relaciones empleadas se observó el mismo comportamiento del rendimiento de la extracción en función de la potencia, siempre fue mayor para la relación 1:3 m:v que para la 1:5 m:v en cualquiera de las potencias empleadas.
- La potencia que permitió obtener un mayor rendimiento en la extracción asistida por microondas fue de 100%.

- El rendimiento de la extracción se incrementó mientras se incrementaba la potencia del equipo microondas, mostrando una relación de proporcionalidad.
- A medida que aumentaba la temperatura en la extracción asistida por ultrasonidos, también lo hacía el rendimiento, mostrando que el proceso se beneficia con el aumento de la temperatura.
- La temperatura que permitió obtener un mayor rendimiento de extracción asistida por ultrasonido fue de 60°C.
- En función de los rendimientos de extracción, se selecciona la Extracción Asistida por Ultrasonido como mejor de los métodos empleados en el presente trabajo especial para obtener extracto de Aloe Vera.
- En la caracterización por espectroscopia de infrarrojo del extracto con el mayor rendimiento obtenido se demostró la presencia de la pectina, de clasificación comercial de alto metóxilo.
- El espectro de infrarrojo del extracto de Aloe Vera obtenido en el presente trabajo especial de grado muestra picos similares al obtenido a nivel industrial.
- Al agregar metanol al extracto obtenido se verifica la formación del gel, lo que demuestra visualmente la presencia de la pectina en el extracto obtenido.

CAPÍTULO VI

RECOMENDACIONES

En función de los resultados y análisis de las técnicas de extracción empleadas, se plantean recomendaciones para estudios posteriores de la extracción de pectina a partir del Aloe Vera.

- Realizar la obtención del extracto empleando el cristal seco, mejorando la relación tiempo temperatura en la estufa o empleando otra técnica de secado a fin de evitar el deterioro de la materia vegetal y la pérdida de sus propiedades.
- Comparar los rendimientos de cada una de las extracciones empleadas en el presente trabajo especial de grado al trabajar simultáneamente con la materia vegetal seca y la materia húmeda.
- Realizar la extracción a partir de otras partes de la planta de aloe vera, como por ejemplo la cáscara.
- Aplicar alguna otra técnica de extracción como por ejemplo la extracción con fluido supercrítico y la extracción por hidrólisis ácida
- Realizar pruebas para verificar el efecto del extracto de aloe vera rico en pectina a partir del cristal, como inhibidor de formación de hidratos de carbono.
- Realizar pruebas para verificar el efecto del extracto de aloe vera rico en pectina a partir del cristal, como inhibidor de la corrosión de tuberías de acero.
- Realizar pruebas cuantitativas para determinar la cantidad de pectina contenida en el extracto de aloe vera.

BIBLIOGRAFÍA

- Abzueta, I., Cardinale, M., Labarca, Á., & Herrera, M. (14 de marzo de 2012). Extracción de Pectina de Alto Metoxilo a Partir de Cáscaras de Parchita Para la Producción de Mermelada. Mérida, Venezuela.
- Alliger Cava, D. J., & Johnson Lebel, S. (1984). *Química Orgánica*. Barcelona: Reverté.
- Arias, F. (1999). *El proyecto de Investigación*. Caracas: Episteme.
- Azuola, R., & Vargas, P. (20 de Octubre de 2007). Extracción de sustancias asistida por ultrasonido (EuA).
- Bolívar, G. (8 de diciembre de 2010). Obtención de adsorbentes lignocelulosos con alta capacidad de adsorción de metales pesados por modificación química. Caracas, Distrito capital, Venezuela.
- Burgos, F., & Alvarez, A. (2012). Comparación de las técnicas de extracción de pectina a partir de la cascara de la parchita amarilla (*Passiflora Edulis* F. *Flavicarpa*). Caracas, Distrito Capital, Venezuela.
- Camejo, C., Ferrer, A., Peña, J., Cedeño, M., & Ferrer, B. (1996). Extracción y caracterización de pectina en limones injertados de la región Zuliana. *Revista de la Facultad de Agronomía Universidad del Zulia*, 56.
- Chagala Magdaleno, A. (2012). *Obtención de aceite de Cachichin (Oecopetalum mexicanum) aplicando tecnología emergente*. Veracruz: Universidad Veracruzana.
- Ciencia y Tecnología. (6 de diciembre de 2012). *Ciencia y Tecnología Año 1*. Recuperado el 16 de enero de 2013, de Ciencia y Tecnología Año I copring: <http://cienciastecnologia.blogspot.com/2012/12/el-espectro-electromagnetico.html>
- Conforti, G., & Gonzalez, C. (2012). *Evaluar la eficiencia del extracto de mango a como inhibidor de la corrosión en cupones de acero al carbono mediante pruebas estáticas y dinámicas de laboratorio*. Caracas: Universidad Central de Venezuela.
- Cruz, A. (2000). *Salud Con Sabila*. Mexico D.F.: Selector.

- Domínguez, C. (febrero de 2011). *Determinación del método de extracción y las condiciones de operación óptimas para la extracción de la pectina de la cáscara de la parchita amarilla (Passiflora Edulis F. Flavicarpa)*. Caracas: Universidad Central de Venezuela.
- Elmasonic. (12 de Mayo de 1991). *Elma Hans Schmidbauer*. Recuperado el 26 de Abril de 2013, de Elma Hans Schmidbauer GmbH & Co. KG: <http://www.elma-ultrasonic.com/en/products/ultrasonic-units/elmasonic-s/elmasonic-s30h.html>
- Ferrera, S., Peralta, A., & Rodríguez, G. (1994). *Obtención y caracterización de pectina a partir de desechos industriales del mango (cáscara)*. Bogotá: Universidad Nacional de Colombia.
- Freitas, J., & Gonzalez, A. (2011). *Evaluación de la Resistencia a la Corrosión del Acero al Carbono y el Acero Inoxidable Mediante el Uso de Inhibidores en Pruebas Estáticas de Laboratorio*. Caracas: Universidad Central de Venezuela.
- Guarnizo, A., & Martínez, P. (2008). *Experimentos de química orgánica con enfoque en las ciencias de la vida*. Bogotá: Eliz.
- Guidi, A., & Arandia Quiroga, M. (2010). *Obtención de pectina a partir de la cáscara de Maracuyá mediante hidrólisis ácida*. Cali: Universidad del Valle.
- Jáñez Barrio, T. (2008). *Metodología de la Investigación en Derecho*. Caracas: Texto.
- Landaeta, F., & Orta, L. (2010). *Extracción de la Pectina de la Semilla del Mango (Mangifera Indica L.)*. Caracas: Universidad Central de Venezuela.
- McMurry, J. (2008). *Química Orgánica*. Mexico: Cengage Learning.
- Ocampo, R., Rios, L., Betancur, L., & Ocampo, D. (2008). *Curso práctico de Química Orgánica: Enfocado a Biología y Alimentos*. Manizales: Universidad de Caldas.
- Ordoñez, P., & Murad, F. (1999). *Tecnología de alimentos*. Porto Alegre: Artmed.
- Ortuño, M. F. (2006). *Manual práctico de aceites esenciales, aromas y perfumes*. Madrid: Aiyana.
- Peña, A., Arroyo, Á., & Gómez, A. (2004). *Bioquímica*. Mexico D.F.: Limusa.
- Prada Rodríguez, D., Dean, J., Pramauro, E., & Pignou García, L. (2007). *Preparación de muestras para el análisis de plaguicidas mediante microondas y fluidos presurizados*. Valencia: Universitat de València .
- Romero, A., & Jiménez, A. (2004). *Guía de Equipos Básicos Para el Procesamiento Agroindustrial Rural*. Bogotá: Convenio Andres Bello.

- Schwizer, M. (1994). *Aloe Vera la plata que cura*. Paris: APB.
- Seoáñez, M., Bellas, E., & Ladaria, P. (2000). *Tratado de reciclado y recuperacion de los productos de los residuos*. Madrid: Mundi-Prnsa.
- Silvateam S.P.A. (2012). *Silvateam*. Recuperado el 15 de diciembre de 2012, de [www.essilvateam.com: http://es.silvateam.com/Productos-y-Servicios/Food-Ingredients/Pectina/Qu%C3%A9-es-la-pectina](http://es.silvateam.com/Productos-y-Servicios/Food-Ingredients/Pectina/Qu%C3%A9-es-la-pectina)
- Stevens, N. (2001). *Aloe Vera*. Málaga: Sirio S.A.
- Universidad de Jaém. (25 de enero de 2005). *Universidad de Jaém calidad e innovacion para el desarrollo de la sociedad*. Recuperado el 17 de mayo de 2013, de <http://www10.ujaen.es/>: <http://vicinv.ujaen.es/taxonomy/term/89>
- Vasquez, R., Ruesga, L., D'addosio, R., Páez, G., & Marín, M. (2008). *Extraccion de pectina a partir de la cascara de plátano (Musa AAB, subgrupo plátano) clon Hartón*. Maracaibo: Facultad de ingeniería, Universidad del Zulia.
- Vega, A., Ampuero, N., & Díaz, L. (3 de diciembre de 2005). El Aloe Vera (Aloe Barbadensis Miller) como componente de alimenos funcionales. La Serena, Chile.
- Voet, D., Voet, J., & Pratt, C. (2007). *Fundamentos de bioquímica: la vida a nivel molecular*. Buenos Aires: Médica Panamericana.
- Wayne, T. (2003). *Sistemas de Comunicación Eletrónicos*. Mexico DF: Pearson.
- Welty, J., Wicks, C., & Wilson, R. (1999). *Fundamentos de transferencia de momento, calor y masa*. Mexico D.F.: Limusa.

APÉNDICE

CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

En esta sección se presenta el plan de trabajo que se utiliza con la finalidad de alcanzar los objetivos propuestos en el presente Trabajo Especial de Grado. Para tal fin en la Tabla 10 se presenta el cronograma general de actividades a seguir.

Tabla 10: Cronograma de actividades

Actividad	Semana													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
Redactar el primer tomo del trabajo especial de grado	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X				
Buscar la materia prima									X					
Buscar el equipo y el material a utilizar									X					
Seleccionar condiciones de la materia vegetal para la extracción										X				
Realizar pruebas de Extracción Soxhlet										X	X	X	X	
Elaborar presentación del trabajo especial I										X	X	X	X	
Presentar trabajo especial I														X

Tabla 10: cronograma de actividades (continuación)

Actividad	Semana														
	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28	29
Determinar tiempo de exposición límite de la extracción asistida por microondas (EAM)	X														
Seleccionar mejor relación soluto solvente empleando EAM		X	X	X											
Realizar pruebas de EAM		X	X	X											
Realizar pruebas de extracción asistida por Ultrasonido (EAU)					X	X									
Comparar eficiencias de métodos de extracción							X	X							
Caracterizar Extractos									X						
Discutir y analizar resultados										X					
Redactar tomo final del trabajo especial de grado											X	X	X	X	X
elaborar presentación del trabajo especial II											X	X	X	X	
Presentar trabajo especial II															X

1. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL PARA LA EXTRACCIÓN DE PECTINA DEL CRISTAL DE ALOE VERA.

En este segmento se describen de manera detallada los equipos y el procedimiento experimental para las diferentes técnicas aplicadas en este trabajo.

1.1 EXTRACCIÓN TIPO SOXHLET

1.1.1 Descripción del equipo Soxhlet

El equipo de destilación empleado para esta extracción es el tipo Soxhlet presentado en la siguiente Figura N° 11.

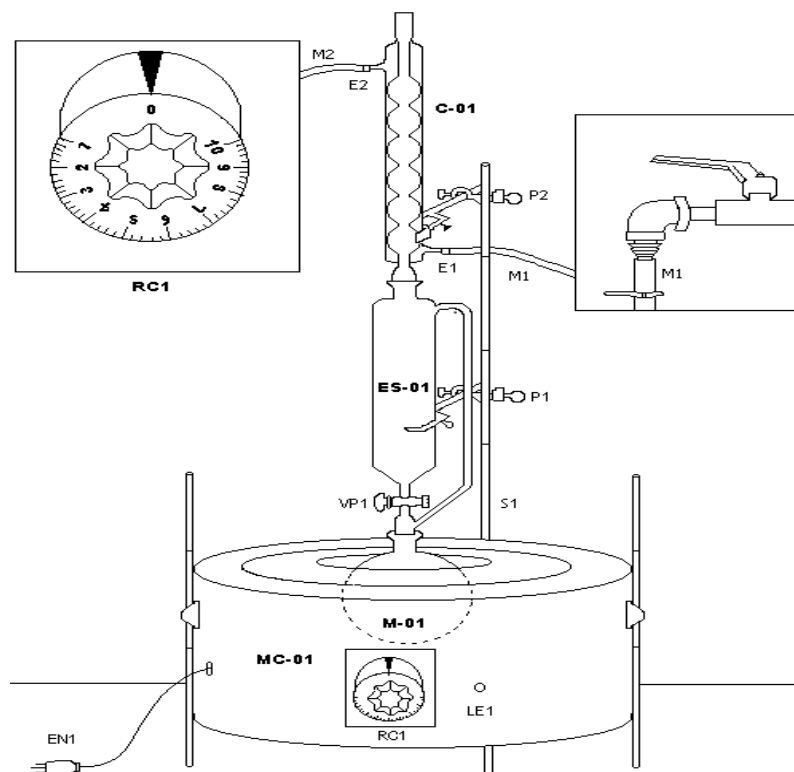


Figura N° 11: Diagrama del equipo de destilación con arrastre de vapor tipo Soxhlet.

El equipo de extracción está constituido por el recipiente (ES-01), en donde se introduce la matriz vegetal (Cristal de Aloe Vera previamente cortada) en un cartucho de celulosa, este recipiente posee una válvula (VP-1) que permite el paso

del vapor así como del 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, M2). En la parte inferior se encuentra la sección generadora de vapor, que está formada por el balón de destilación (M-01) de 250 mililitros, donde se introduce el solvente (etanol), dicho balón se coloca en la manta de calentamiento (MC-01), esta posee un regulador de 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 mediante las pinzas (P1) para el equipo Soxhlet y (P2) para el condensador.

1.1.2 Procedimiento experimental

1. Se lava y se seca el material de vidrio utilizado, evitando daños al equipo.
2. Se colocan 25 g. de cristal de Aloe Vera cortado en cubos de 0,7 cm. de lado, y se colocan en el cartucho de celulosa del extractor tipo Soxhlet.
3. Con la ayuda de un cilindro graduado, se miden 100 mL de agua (solvente).
4. Se coloca en el balón (M-01), el solvente junto con 6 perlas de ebullición para mantener en constante movimiento el líquido a destilar y controlando así la formación de burbujas.
5. Se conectan las mangueras de entrada y salida de 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 aseguran las mangueras con precintos para evitar fugas o desprendimientos por presión.
6. Se realiza el montaje del equipo, colocando el balón (M-01) sobre la manta de calentamiento (MC-01). Se acopla el extractor tipo Soxhlet (ES-01) con el balón (M-01). Se conecta el condensador vertical (C-01) con el extractor tipo Soxhlet (ES-01), y se sujetan ambas piezas con las pinzas (P1) y (P2) al soporte (S1).

7. Se abre la llave de paso del 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. Y se abre por completo la válvula (VP-1).
8. Se conecta y enciende la manta de calentamiento (MC-01), luego se fija la potencia en 40 % para llegar a la temperatura de ebullición sin degradar los componentes de la matriz vegetal ni el solvente (Domínguez, 2011).
9. Se deja operando el equipo por 24 horas continuas.
10. Después de transcurrido el tiempo necesario para la extracción, se apaga la manta de calentamiento (MC-01) y se cierra la llave de paso del refrigerante (agua). Se deja enfriar, se desmonta el condensador vertical (C-01) y el extractor tipo Soxhlet (ES-01).
11. Se extrae la matriz vegetal del extractor tipo Soxhlet (ES-01) y se filtra al vacío, para retirar el excedente de solvente.
12. El extracto se almacena y refrigera en envases color ámbar y se mantiene en refrigeración para su posterior análisis.
13. La matriz vegetal se coloca en la estufa por 24 horas.
14. Se lava todo el equipo de vidrio utilizado.
15. Una vez secada la materia vegetal, se pesa la misma y se calcula el rendimiento.
16. Se repite el procedimiento para cada experiencia con diferentes solventes (Hexano, isopropanol y tolueno).

1.2 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR MICROONDAS (EAM)

1.2.1 Descripción del equipo

El horno microondas marca Sharp, modelo R-520L, con potencia de 1200 Watts y una frecuencia de 2450 MHz, es utilizado para realizar extracciones con la técnica de Extracción Asistida con Microondas, este equipo posee una bandeja rotatoria de vidrio que ofrece una irradiación uniforme a través de la muestra.

Además cuenta con un panel de control en el cual se ajusta el tiempo de residencia y los niveles de potencia. El equipo de Microondas es el presentado en la Figura N° 12:

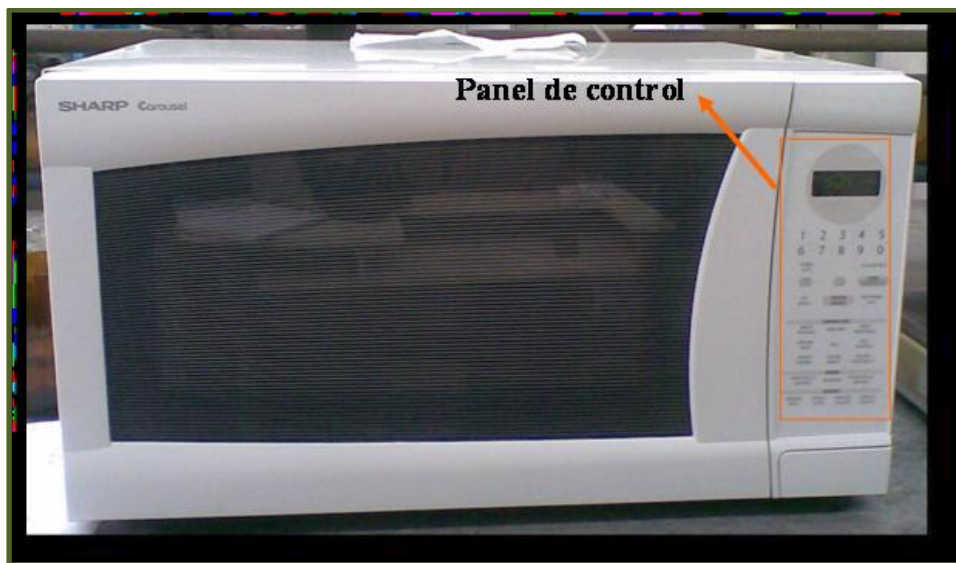


Figura N° 12: Equipo de Microondas marca Sharp, modelo R-520L.

1.2.2 Procedimiento experimental

Cálculo del tiempo de residencia

1. Se lava y se seca el material de vidrio a utilizar.
2. Se miden 50 ml de solvente en un cilindro graduado y se introducen en una fiola de 200 ml.
3. Se abre la puerta del microondas y se coloca la fiola con el solvente dentro del microondas.
4. En el panel de control se fija una potencia de 100%.
5. Se varía el tiempo de residencia en 5 segundos en el panel de control del equipo, hasta llegar al punto de ebullición del solvente (cuando se observan las primeras burbujas de ebullición).
6. Se abre la puerta del microondas y se extrae la fiola.

Cálculo de la potencia y relación soluto-solvente:

1. Se colocan 15 gramos de la materia vegetal en un beacker de 500 ml.
2. Se mide la cantidad de 45 ó 75 ml del solvente con la ayuda de un cilindro graduado según la experiencia y se introduce en el beacker que contiene la materia vegetal, luego se coloca dentro del microondas.
3. Se coloca el tiempo de operación y se fija la potencia de operación utilizando el panel de control del equipo y se inicia el proceso presionando el botón de START.
4. Una vez terminado el tiempo se abre la puerta del equipo, se retira la muestra y se filtra.
5. Se lleva la materia vegetal a la estufa para ser secadas por 24 horas.
6. Se almacena y refrigera el producto extraído en envases de color ámbar para su posterior análisis.
7. Se pesa la materia vegetal y se calcula el rendimiento de la extracción.
8. Se lava todo el equipo de vidrio utilizado.
9. Se repite el procedimiento anterior variando la potencia del equipo y la relación soluto-solvente.

1.3 EXTRACCIÓN ASISTIDA POR ULTRASONIDO

1.3.1 Descripción del equipo

El equipo de Ultrasonido que se utiliza para el desarrollo de la técnica de Extracción Asistida por Ultrasonido es el presentado en la Figura N° 13



Figura N° 13: Equipo de Ultrasonido marca Elmasonic, modelo D-78224 (Elmasonic, 1991)

El equipo de Ultrasonido es de marca Elmasonic, modelod-78224 Singen/Htw, este opera con una potencia de 500 Watts y con una frecuencia de 60 Hz. El equipo, posee una bandeja de acero inoxidable, un dispositivo de encendido y apagado, un controlador de temperatura en un rango de 30-80°C y un controlador de tiempo que va de 1 minuto a tiempo ilimitado.

1.3.2 Procedimiento experimental

1. Se lava y se seca el material de vidrio a utilizar.
2. Se llena el recipiente interno del equipo de Ultrasonido con agua hasta la mitad de su nivel.
3. Se mide la cantidad de solvente que obtiene el mayor rendimiento en el proceso de Extracción Asistida por Microondas con la ayuda de un cilindro graduado y se introduce en una fiola de 200 ml.
4. Se colocan 20 gramos de la materia vegetal en la fiola con el solvente y se coloca dentro del equipo.

5. Se fija el tiempo de residencia y la temperatura de operación utilizando las perillas ubicadas en el frente del equipo.
6. Se presiona el botón de START y se espera a que se lleve a cabo el proceso de extracción.
7. Al culminar el proceso de extracción se retira la muestra del equipo de ultrasonido y se filtra.
8. Se lleva la materia vegetal a la estufa para ser secada por 24 horas.
9. Se almacena y refrigera el producto extraído en envases color ámbar para ser analizados posteriormente.
10. Se pesa la materia vegetal y se calcula su rendimiento.
11. Se lava todo el equipo de vidrio utilizado.
12. Se repite el procedimiento anterior variando la temperatura de operación (Tambiente y 60 °C) a un tiempo de residencia de 15 minutos.

ANEXOS

En esta sección del Trabajo Especial de Grado se presentan los Anexos correspondientes a los cálculos tipos llevados a cabo para la determinación de los rendimientos de cada una de las extracciones llevadas a cabo en el presente trabajo especial de grado.

ANEXO A: CÁLCULOS TIPO

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

RENDIMIENTO DEL EXTRACTO

$$\%Rendimiento = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad \text{Ecuación I}$$

Dónde:

%Rendimiento= Valor Porcentual de Rendimiento (%).

m_i = masa inicial antes del proceso de extracción (g).

m_f = masa final luego del proceso de extracción (g).

$$m_i = m_o \times (1 - H_r) \quad \text{Ecuación 2}$$

Dónde:

m_o = masa de materia vegetal antes de la extracción (g).

H_r = humedad relativa de la materia vegetal (97%=0,97)

Sustituyendo los valores obtenidos de la primera extracción llevada a cabo (extracción Soxhlet para determinar la condición de la materia vegetal empleando agua como solvente) se tiene:

$$\%Rendimiento = \frac{(25,9223(1 - 0,97)g - 0,1690g)}{25,9223g(1 - 0,97)} \times 100 = 78,8501\%$$

CÁLCULO DEL COSTO ASOCIADO AL CONSUMO ELÉCTRICO POR EXTRACCIÓN PARA UNA EXPERIENCIA.

Para llevar a cabo este cálculo se empleó la ecuación 3 y la ecuación 4 con las que se determina la energía empleada y el costo de la energía respectivamente.

$$E_e = P \times t \quad \text{Ecuación 3}$$

Dónde:

E_e : energía empleada para llevar a cabo la extracción. (Wh)

P : potencia de extracción (W)

t : tiempo de extracción (h)

$$C = E_e \times B_s \quad \text{Ecuación 4}$$

Dónde:

C : costo total por energía empleada (BsF)

B_s : precio de la energía (BsF/KWh)

Para la extracción asistida por microondas trabando con un 1200 W de potencia al 100% de esta potencia en un tiempo de 13 s se tiene:

$$E_e = 1200W \times 13s \times \frac{1h}{3600s} = 4,33 \times 10^{-3}Wh$$

Según la Gaceta Oficial N° 39.259 de fecha 08/09/2012 por CORPOELEC, se establece que 10 KWh corresponde a 0,28 BsF por lo tanto al aplicar la Ecuación III se tiene:

$$C = 4,33 \times 10^{-3}Wh \times \frac{1KWh}{1000Wh} \times \frac{0,28BsF}{10KWh}$$

$$C = 0,0001 BsF$$

Esto para 25 g de materia vegetal, según los datos suministrados por la industria Barunu Aloe Vera Center, mensualmente dicha empresa procesa 1.189 toneladas de cristal de aloe vera, para el caso de llevarse a cabo la extracción asistida por ultrasonidos el costo de uso energético sería:

$$C = 1.189 \text{ TM}/\text{mes} \times \frac{0.0001 \text{ Bs}f}{0.000025 \text{ TM}} = 8.197 \text{ Bs}F/\text{mes}$$

ANEXO B: TABLAS DE DATOS OBTENIDOS

A continuación en la Tabla 11 se muestran los datos obtenidos durante la extracción y en las tablas 11 y 12 los resultados de los rendimientos obtenidos para las diferentes técnicas empleadas.

Tabla 11: Datos obtenidos empleando la extracción Soxhlet

MÉTODO	SOLVENTE	CONDICIÓN DE LA MATERIA VEGETAL	TIEMPO	RELACIÓN SOLUTO-SOLVENTE	MASA INICIAL (g)	MASA FINAL (g)	RENDIMIENTO (%) (PROMEDIO)
Soxhlet	Agua	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,9223	0,1690	78,8501
Soxhlet	Agua	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,2817	0,1560	
Soxhlet	Agua	Seca	24 h	1:4 m:v	25,4398	1,3622	78,3159
Soxhlet	Agua	Seca	24 h	1:4 m:v	25,3386	0,4769	
Soxhlet	Isopropanol	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,8862	0,1628	79,0450
Soxhlet	Isopropanol	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,6210	0,1610	
Soxhlet	Tolueno	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,5140	0,1642	73,6822
Soxhlet	Tolueno	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,6220	0,2394	
Soxhlet	Hexano	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,6312	0,1875	76,7490
Soxhlet	Hexano	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,1958	0,1135	
Soxhlet	Hexano	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,4409	0,2511	
Soxhlet	Hexano	Húmeda	24 h	1:4 m:v	25,7920	0,1602	

Tabla 12: Datos obtenidos mediante la extracción asistida por microondas (EAM).

POTENCIA DE EAM (%)	SOLVENTE	CONDICIÓN DE LA MATERIA VEGETAL	TIEMPO	RELACIÓN SOLUTO-SOLVENTE	MASA INICIAL (g)	MASA FINAL (g)	RENDIMIENTO (%) (PROMEDIO)
100	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,7837	0,1901	56,7779
100	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,1341	0,2102	
80	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,5996	0,2026	55,3299
80	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,2231	0,2103	
60	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,6836	0,2079	53,3477
60	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,7375	0,2319	
40	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,3440	0,2206	52,3375
40	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,2767	0,2171	
20	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,5829	0,2347	50,5953
20	Hexano	Húmeda	13 s	1:3 m:v	15,0054	0,2170	
100	Hexano	Húmeda	13 s	1:5 m:v	15,3490	0,2229	51,5929
80	Hexano	Húmeda	13 s	1:5 m:v	15,0497	0,2227	50,6745
60	Hexano	Húmeda	13 s	1:5 m:v	15,4265	0,2307	50,1507
40	Hexano	Húmeda	13 s	1:5 m:v	15,7811	0,2465	47,9335
20	Hexano	Húmeda	13 s	1:5 m:v	15,2965	0,2435	46,9378

Tabla 13: Datos obtenidos mediante la Extracción Asistida por Ultrasonido (EAU)

TEMPERATURA	SOLVENTE	CONDICIÓN DE LA MATERIA VEGETAL	TIEMPO	RELACIÓN SOLUTO-SOLVENTE	MASA INICIAL (g)	MASA FINAL (g)	RENDIMIENTO (%) (PROMEDIO)
27°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,6168	0,1683	72,6825
27°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,2620	0,1667	
30°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,8740	0,1712	73,1268
30°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,1582	0,1597	
60°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,3511	0,1543	74,6743
60°C	Hexano	Húmeda	15 min	1:3 m:v	20,3060	0,1546	

ANEXO C: IMÁGENES

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



Figura Nº 14: Montaje de la Extracción Soxhlet y materia vegetal durante la extracción



Figura Nº 15: Materia vegetal luego de la extracción Soxhlet y extracto de Aloe Vera



Figura N° 16: Materia vegetal antes y después de la extracción Soxhlet



Figura N° 17: Estado de la materia vegetal y el solvente, antes y después de la EAU