



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

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE
DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE
AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA
CONSTANTE DIELECTRICA**

Luis Alberto Trabanino López

Asesorado por el Ing. César Alfonso García
e Ing. Mario José Mérida Meré

Guatemala, junio de 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE
DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE
AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA
CONSTANTE DIELECTRICA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

LUIS ALBERTO TRABANINO LÓPEZ
ASESORADO POR LA ING. CÉSAR ALFONSO GARCÍA
E ING. MARIO JOSÉ MÉRIDA MERÉ

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, JUNIO DE 2021

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Christian Moisés de la Cruz Leal
VOCAL V	Br. Kevin Armando Cruz Lorente
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
EXAMINADORA	Inga. Casta Petrona Zeceña Zeceña
EXAMINADOR	Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
EXAMINADOR	Ing. Gerardo Ordóñez
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

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

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE
DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE
AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA
CONSTANTE DIELECTRICA**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 09 de abril de 2010.

Luis Alberto Trabanino López

Guatemala, noviembre de 2019

Ingeniero
Williams Álvarez
Director Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala
Presente.

Respetable Ing. Álvarez.

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y dado la aprobación al informe final del Trabajo de Graduación titulado **“EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA CONSTANTE DIELECTRICA.”**, Del estudiante de Ingeniería Química Luis Alberto Trabanino López quien se identifica con CUI 2799819450101 y registro académico número 2003-12396.

Sin otro particular me suscribo de usted.

Atentamente



Ing. Qco. Cesar Alfonso Garcia Guerra
INGENIERO QUIMICO
COLEGIADO No. 145
Asesor.



Guatemala, 6 de noviembre de 2019

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

Respetable Ing. Álvarez.

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y dado la aprobación al Informe Final del trabajo de graduación titulado **“EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA CONSTANTE DIELECTRICA.”**, del estudiante de Ingeniería Química Luis Alberto Trabanino López quien se identifica con CUI 2799819450101 y registro académico número 2003-12396.

Sin otro particular me suscribo de usted.

Atentamente

Ing. Oco. Mario José Mérida Meré
PROFESOR INVESTIGADOR
Escuela de Ingeniería Química/USAC
JEFE



INGENIERO QUÍMICO
Mario José Mérida Meré
Corregimiento 1411

Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales -LIEXVE-
Sección Química Industrial CII / USAC
Asesor.



Guatemala, 10 de septiembre de 2020.
Ref. EIQ.TG-IF.033.2020.

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

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el registro de evaluación, correlativo **045-2010**, le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL

Solicitado por el estudiante universitario: **Luis Alberto Trabanino Lopez**.
Identificado con número de carné: **2799819450101**.
Identificado con registro académico: **200312396**.
Previo a optar al título de la carrera: **Ingeniería Química**.
En la modalidad: **Informe Final, Cierre de Pensum sin Seminario de Investigación**.

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

**EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FISCOQUÍMICA DEL CONTENIDO
EXTRACTABLE DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE
LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE
TRES SOLVENTES DE DISTINTA CONSTANTE DIELECTRICA.**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por:

César Alfonso García Guerra, profesional de la Ingeniería Química
Mario José Mérida Meré, profesional de la Ingeniería Química

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

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Victor Manuel Monzón Valdez
profesional de la Ingeniería Química
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo





Guatemala, 24 de mayo de 2021.
Ref. EIQ.096.2021

Aprobación del informe final del trabajo de graduación

Ingeniera
Aurelia Anabela Cordova Estrada
Decana
Facultad de Ingeniería
Universidad de San Carlos de Guatemala

Revisado el INFORME FINAL DEL TRABAJO DE GRADUACIÓN (TESIS), DENOMINADO **EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA CONSTANTE DIELECTRICA** del(la) estudiante Luis Alberto Trabanino López, se conceptúa que el documento presentado, reúne todas las condiciones de calidad en materia administrativa y académica (rigor, pertinencia, secuencia y coherencia metodológica), por lo tanto, se procede a la autorización del mismo, para que el(la) estudiante pueda optar al título de Ingeniería Química.

“Id y Enseñad a Todos”

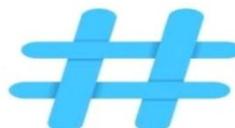

Ing. Williams C. Alvarez Mejia, M.Sc., Ph.D., U.I.E.
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Cc. Archivo
WGAM/mpea



Formando Ingenieros Químicos en Guatemala desde 1939



**NO SALGAS
QUÉDATE EN
CASA**

DTG. 249-2021

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **EVALUACIÓN Y CARACTERIZACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL CONTENIDO EXTRACTABLE DE LA FRACCIÓN LIPÍDICA A PARTIR DE LA CACHAZA DE LA PRODUCCIÓN DE AZÚCAR EN DOS INGENIOS, MEDIANTE EL USO DE TRES SOLVENTES DE DISTINTA CONSTANTE DIELECTRICA**, presentado por el estudiante universitario: **Luis Alberto Trabanino López**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:



Ing. Anabela Cordova Estrada
Decana



Guatemala, junio de 2021

AACE/asga

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Padre Todopoderoso y pilar fundamental en mi caminar. Porque a Ti dirijo este logro; para Ti sea la honra y la gloria.
Mis padres	Quienes siempre me acompañan y han creído en mí; quienes me apoyan en cada sueño, me aplauden en cada triunfo y me consuelan en las caídas. Gracias por cada segundo invertido en mí; los frutos solo empiezan a llegar.
Mis hermanos	Por estar en todo momento atentos y a mi lado, por su apoyo y comprensión. Siempre estaremos unidos.
Mis sobrinos	Por ser una bendición y alegría en mi vida.

AGRADECIMIENTOS A:

- Dios** Por tu infinito amor y misericordia. Gracias por las bendiciones y las pruebas, y por permitirme culminar hoy este logro.
- Mi madre** Lucrecia López, por trabajar para mi sustento. Todo lo que soy lo debo a tus enseñanzas, ética, moral e intelectual que de ella recibí. Su amor ha sido el combustible para lograr mis metas.
- Mi hermano** Randy Trabanino, por confiar en mí, por darme su apoyo, cariño y amistad.
- Mi padre** Rafael Trabanino, por todas las lecciones que a tu particular estilo me ensañaste, hiciste de mí alguien con integridad y moral.
- Mis amigos** Por su bondad y compartir conmigo los sabios consejos que han guiado mi vida.
- Mi novia** Mayra Conde, por su apoyo, cariño y estar a mi lado empujándome para lograr mis metas; soy un mejor hombre a tu lado.

**Inga. Telma Cano,
Ing. Mario Mérida, e
Ing. Víctor Monzón**

Por su invaluable colaboración en la realización de este trabajo de graduación. Por sus sabios y sinceros consejos: les estaré siempre agradecido.

Ing. Cesar García

Por sus atenciones y apoyo incondicional a lo largo de mi carrera. Por su invaluable colaboración en la realización de este trabajo de graduación. Por sus sabios y sinceros consejos, y por el tiempo dedicado a la revisión de este trabajo de graduación.

**Facultad de
Ingeniería**

En especial a la Escuela de Ingeniería Química, por la oportunidad de tener una formación de alta calidad.

**Universidad de San
Carlos de Guatemala**

Mi alma máter, por los conocimientos teóricos y la educación que me ha brindado.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	IX
ÍNDICE DE TABLAS	XI
LISTA DE SÍMBOLOS.....	XIII
GLOSARIO.....	XV
RESUMEN	XIX
OBJETIVOS	XXI
HIPÓTESIS	XXIII
INTRODUCCIÓN.....	XXV
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO.....	7
2.1. Cachaza	7
2.1.1. Obtención	9
2.1.2. Clarificación	10
2.1.3. Formación del precipitado en el clarificador (cachaza).....	11
2.1.4. Naturaleza del residuo sólido del clarificador (cachaza).....	13
2.1.5. Tratamiento de la cachaza.....	13
2.1.5.1. Cambios en los procedimientos de filtración	13
2.1.5.1.1. Prensado en filtros	14
2.2. Caña de azúcar	18
2.2.1. Sistema de cultivo.....	20

2.2.2.	Recolección.....	20
2.2.2.1.	Recolección manual	20
2.2.2.2.	Recolección mecánica	22
2.2.3.	Deterioro de la caña después de cortada.....	24
2.2.4.	La caña quemada.....	24
2.2.5.	La caña no quemada.....	25
2.2.6.	La caña mixta	25
2.2.7.	El transporte	26
2.2.8.	La temporada de zafra	26
2.2.9.	Composición de la caña de azúcar	26
2.2.10.	El tallo.....	27
2.3.	La cera de la caña de azúcar	28
2.3.1.	Historia	28
2.3.2.	Procedencia	29
2.3.3.	Preparación	29
2.3.4.	Componentes de la cera de caña de azúcar (teórico)	32
2.3.5.	Propiedades de la caña de azúcar	32
2.3.6.	Recuperación y composición.....	33
2.3.7.	Extracción de la cera cruda	34
2.3.8.	Refinado de ceras de caña.....	35
2.3.9.	Ceras comerciales de la caña de azúcar.....	36
2.4.	Oleorresinas.....	37
2.5.	Aceites fijos	38
2.6.	Lípidos.....	38
2.6.1.	Definición.....	38
2.6.2.	Propiedades	39
2.6.2.1.	Físicas	39
2.6.2.2.	Químicas	40

2.6.3.	Funciones	40
2.6.3.1.	Funciones en los seres vivos.....	40
2.6.3.1.1.	Estructural.....	40
2.6.3.1.2.	Energética.....	40
2.6.3.1.3.	Protectora	41
2.6.3.1.4.	Transportadora	41
2.6.3.1.5.	Reguladora de la temperatura	41
2.6.3.1.6.	Reguladora de metabolismo	41
2.6.4.	Ácidos grasos (lípidos saponificables).....	41
2.6.5.	Lípidos relacionados con ácidos grasos	45
2.6.5.1.	Alcoholes superiores y ceras	45
2.6.5.2.	Glicéridos simples.....	45
2.6.5.3.	Fosfoglicéridos.....	47
2.6.5.4.	Fosfoesfingolípidos	49
2.6.5.5.	Esfingenina, cerámidos y esfingofosfolípidos	50
2.6.5.6.	Esfingoglicolípidos	51
2.6.5.7.	Prostaglandinas	52
2.6.6.	Lípidos no relacionados con ácidos grasos (no saponificables).....	52
2.6.6.1.	Terpenoides.....	53
2.6.6.2.	Carotenoides	54
2.6.6.3.	Esteroides.....	55
2.6.6.4.	Esteroles.....	55
2.6.6.5.	Ácidos y sales biliares	57
2.6.6.6.	Hormonas esteroideas.....	57

	2.6.6.7.	Hidrocarburos.....	58
	2.6.6.8.	Lípidos pirrólicos	58
2.7.		Marcha fitoquímica.....	60
2.8.		Procesos de extracción sólido-líquido.....	60
	2.8.1.	Escala de extracción sólido-líquido	61
	2.8.2.	Transferencia de masa en extracción sólido-líquido	61
	2.8.3.	Proceso de lixiviación.....	62
	2.8.3.1.	Mecanismo de lixiviación.....	63
	2.8.3.2.	Métodos de operación.....	64
	2.8.4.	Naturaleza del material.....	65
	2.8.4.1.	Sustancias biológicas.....	65
	2.8.4.2.	Materiales inorgánicos y orgánicos	66
	2.8.4.3.	Preparación del sólido.....	66
	2.8.5.	Velocidad de lixiviación	67
	2.8.6.	Métodos de extracción	69
	2.8.7.	Variables del proceso extractivo.....	70
	2.8.8.	Características de las partículas	72
	2.8.8.1.	Granulometría	74
	2.8.8.2.	Agitación.....	77
	2.8.8.3.	Temperatura.....	78
	2.8.8.4.	pH.....	78
	2.8.8.5.	Naturaleza del solvente.....	78
	2.8.8.6.	Tiempo de extracción	79
	2.8.8.7.	Relación sólido-líquido	80
	2.8.8.8.	Etapas de extracción.....	81
2.9.		Procesos de extracción.....	82
	2.9.1.	Maceración.....	83
	2.9.2.	Percolación.....	84

2.9.3.	Equipos de extracción a nivel laboratorio (sólido-líquido)	85
2.9.3.1.	Equipos de percolación	86
2.9.3.1.1.	Equipo de extracción de Zulkowski	87
2.9.3.1.2.	Equipo de extracción de Drechsel	88
2.9.3.1.3.	Equipo de extracción de Tollens	89
2.9.3.1.4.	Equipo de extracción de Knorr	90
2.9.3.1.5.	Equipo de extracción de Wiley	91
2.9.3.1.6.	Equipo de extracción de Wollny	92
2.9.3.2.	Equipos de infusión continua	93
2.9.3.2.1.	Equipo de extracción de Scheibler (segundo)	93
2.9.3.3.	Equipos con infusión intermitente	94
2.9.3.3.1.	Equipo de extracción de Auld y Pickle	95
2.9.3.3.2.	Equipo de extracción de Clausnizer y Wollny	96
2.9.3.3.3.	Equipo de extracción de Jerwitz	97
2.9.4.	Lixiviación con equipo de extracción tipo Soxhlet...	98
2.9.5.	Cromatografía en fase gaseosa.....	99
2.10.	Análisis de la fracción lipídica.....	100
2.11.	Monitoreo del proceso	101

2.11.1.	Densidad	101
2.11.2.	pH.....	101
2.11.3.	Pérdida de peso del sólido	101
2.11.4.	Índice de refracción	102
2.11.5.	Sólidos extractables	102
2.12.	Propiedades del solvente	102
2.12.1.	Polaridad de un disolvente	102
2.12.2.	Constante dieléctrica y momento dipolar	103
2.12.3.	Polaridad de enlace.....	104
2.12.4.	Propiedades de los disolventes comunes	105
2.12.5.	Características de los disolventes próticos y apróticos.....	106
2.12.6.	Índices de refracción	107
2.13.	Estudios realizados en Cuba sobre la cachaza cubana no quemada	110
3.	DISEÑO METODOLÓGICO	113
3.1.	Localización	113
3.2.	Variables	114
3.2.1.	Variable de respuesta	115
3.2.2.	Obtención de la muestra	115
3.2.3.	Obtención de materia prima	115
3.2.4.	Métodos utilizados.....	115
3.2.5.	Temperatura.....	115
3.2.6.	Solventes en función de su constante eléctrica....	116
3.2.7.	Tamaño de partícula	116
3.2.8.	Tiempo de extracción y número de ciclos	116
3.3.	Delimitación y campo de estudio.....	116
3.3.1.	Dos cachazas mixtas	117

3.4.	Obtención de materia prima	117
3.5.	Recursos materiales disponibles	117
3.6.	Recursos materiales	118
3.7.	Técnica cualitativa o cuantitativa	122
3.7.1.	Diseño de tratamientos	129
3.7.1.1.	Procesamiento	129
3.8.	Recolección y ordenamiento de la información	132
3.8.1.	Plan de análisis de resultados	137
4.	RESULTADOS	139
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	153
5.1.	Rendimientos	155
5.2.	Perfil de ácidos	156
5.3.	Tamizaje	156
5.4.	Monitoreo de extracciones.....	157
	CONCLUSIONES	159
	RECOMENDACIONES	161
	BIBLIOGRAFÍA	163
	APÉNDICES	167

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Cachaza.....	9
2.	Proceso azucarero, obtención de cachaza.....	11
3.	Clarificador de jugo de azúcar.....	12
4.	Filtro de cachaza.....	17
5.	Caña de azúcar.....	19
6.	Corte manual.....	21
7.	Corte mecanizado.....	23
8.	Tallo de la caña de azúcar.....	28
9.	Cromatograma de la cera obtenida de la caña de azúcar.....	30
10.	Miscibilidad de anión carboxilaro con el agua para formar un jabón con poder detergente.....	44
11.	Ejemplo de un R-triacilglicerol.....	46
12.	Estructura de los fosfoglicéridos.....	49
13.	β -caroteno (provitamina A).....	53
14.	α -tocoferol (vitamina E).....	54
15.	Cera esteroidea.....	56
16.	Matraz de Le Chatelier.....	74
17.	Tamizador del Centro de Investigaciones de Ingeniería.....	76
18.	Funcionamiento del análisis por tamizado.....	77
19.	Equipo de extracción de Zulkowski.....	87
20.	Equipo de extracción de Drechsel.....	88
21.	Equipo de extracción de Tollens.....	89
22.	Equipo de extracción de Knorr.....	90

23.	Equipo de extracción de Wiley	91
24.	Equipo de extracción de Wollny	92
25.	Equipo de extracción de Scheibler.....	94
26.	Equipo de extracción de Auld y Pickle	95
27.	Equipo de extracción de Clausnizer y Wollny	96
28.	Equipo de extracción de Jerwitz	97
29.	Extracción con equipo Soxhlet.....	98
30.	Industria azucarera	110
31.	Curva de humedad vs densidad de cachaza cubana; cantidad de cera de cachaza: 12 % base seca	111
32.	Ubicación de la mayoría de ingenios azucareros en la costa sur de Guatemala	113
33.	Equipo utilizado en la investigación	119
34.	Diagrama de flujo del desarrollo de la investigación	133
35.	Rendimiento porcentual promedio de los extractos de cachaza en función del solvente	141
36.	Rendimiento porcentual promedio de los extractos de cutícula en función del solvente	141
37.	Comparación del rendimiento porcentual promedio de los extractos de cutícula y cachaza en función del solvente	142
38.	Cromatograma de hexano con cachaza 1	146
39.	Cromatograma de hexano con cachaza 2	146
40.	Cromatograma de acetato de etilo con cachaza 1	147
41.	Cromatograma de acetato de etilo con cachaza 2.....	148
42.	Cromatograma de metanol con cachaza 1	149
43.	Cromatograma de metanol con cachaza 2	149

TABLAS

I.	Composición de la cera de azúcar semirrefinada (teórica) a 67 °C.....	31
II.	Hidrocarburos derivados de la cera de caña	31
III.	Propiedades eléctricas de la cera de caña	33
IV.	Principales ácidos grasos.....	44
V.	Propiedades de algunos disolventes.....	105
VI.	Clasificación de disolventes considerando su carácter polar o no polar.....	107
VII.	Índices de refracción de algunos solventes.....	108
VIII.	Principales ácidos del material	111
IX.	Algunos resultados obtenidos en la extracción de aceite en Cuba	112
X.	Definición de variables de la investigación.....	114
XI.	Líneas de investigación para el trabajo de graduación	116
XII.	Reactivos utilizados en la investigación	122
XIII.	Tamices para cachaza	124
XIV.	Diseño completamente al azar con un arreglo combinatorio.....	130
XV.	Tabla de ANOVA para diseño experimental de un factor	131
XVI.	Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cachaza residual del proceso de fabricación de azúcar	134
XVII.	Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cutícula de caña residual del proceso de fabricación de azúcar.....	135
XVIII.	Rendimiento porcentual promedio de los extractos mediante los solventes hexano, metanol y acetato de etilo, obtenidos de la cutícula y las cachazas 1 y 2 residuales del proceso del azúcar	135
XIX.	Promedio de densidad de los extractos de cutícula y cachaza residual del proceso del azúcar.....	136

XX.	Promedio de índice de refracción de los extractos provenientes de la cutícula, cachaza 1 y 2	136
XXI.	Promedio de tiempo óptimo de extracción por solvente.....	137
XXII.	Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cutícula	139
XXIII.	Rendimiento porcentual promedio de los extractos mediante los solventes hexano, metanol y acetato de etilo, obtenidos de la cutícula y las cachazas 1 y 2 residuales del proceso del azúcar.....	140
XXIV.	Rendimiento en peso obtenido de la fracción lipídica en ambas cachazas y cutícula, a variabilidad de la fracción, en función de cada solvente.....	142
XXV.	Cromatografía en capa fina para la determinación de saponinas en muestras de extracto de cachaza	143
XXVI.	Cromatografía en capa fina para la determinación de flavonoides en muestras de extracto de cachaza	144
XXVII.	Cromatografía en capa fina para la determinación de aceites esenciales en muestras de extracto de cachaza	144
XXVIII.	Lípidos detectados en ambas cachazas por hexano	145
XXIX.	Lípidos detectados en ambas cachazas por acetato de etilo.....	147
XXX.	Lípidos detectados en ambas cachazas por metanol	148
XXXI.	Comparación de la fracción lipídica obtenida a partir de la cachaza con la fracción lipídica obtenida de la cutícula de la caña de azúcar molida y tiempos promedio de extracción.....	150
XXXII.	Resultado estadístico de comparar la fracción lipídica obtenida a partir de la cachaza, con la fracción lipídica obtenida de la cutícula de la caña de azúcar molida.....	151
XXXIII.	Resumen de la comparación de estado de la materia	151
XXXIV.	Resumen de la comparación entre solventes.....	151

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
cm	Centímetro
°C	Grados Celsius
g	Gramos
<i>H_i</i>	Hipótesis alternativa
H_o	Hipótesis nula
h	Hora
Hg	Mercurio
m	Metro
μL	Microlitro
μm	Micrómetro
mg	Miligramo
mL	Mililitro
mm	Milímetro
F	Prueba de F
pH	Potencial de Hidrógeno
%	Porcentaje
w/v	Relación peso-volumen
R_f	Radio de frente (<i>ratio of front</i>)

GLOSARIO

Aceite fijo	Aceite vegetal que se obtiene de ciertas plantas y que, a diferencia de los aceites esenciales, son grasos, densos y no volátiles.
Ácidos grasos	Son ácidos carboxílicos de cadena larga, que se hallan normalmente formando parte de otros lípidos; casi siempre por medio de enlaces éster, y rara vez amida.
Biodiversidad	Es el término por el que se hace referencia a la amplia variedad de seres vivos sobre la tierra y los patrones naturales que conforma; como resultado de miles de millones de años de evolución, según procesos naturales y también, de la influencia creciente de las actividades del ser humano.
Cachaza	Es un residuo de la industrialización de la caña de azúcar, de color marrón oscuro, compuesto por sacarosa, azúcares simples, coloides coagulados, cera, fibra de caña, partículas de suelo y una importante presencia de elementos minerales. La cachaza, un subproducto en la fabricación de azúcar en bruto.

Cromatografía

Es una técnica de separación extraordinariamente versátil que presenta distintas variantes. En toda separación cromatográfica hay dos fases (sólida, líquida o gas), una móvil y otra estacionaria, que se mueven una con respecto de la otra, manteniendo un contacto íntimo. La muestra se introduce en la fase estacionaria y la móvil.

Lípidos

Grupo heterogéneo de compuestos emparentados real o potencialmente, con los ácidos grasos.

Lixiviación

Es una operación para separar los constituyentes solubles de un sólido inerte con un solvente.

Maceración

La maceración se divide en estática o dinámica. La primera consiste en mantener sumergida por un tiempo suficiente una sustancia sólida en un líquido, para extraer de ella las partes solubles, mientras que la segunda consiste en que el material se pone en contacto permanente con el solvente, realizando agitación para influencia el gradiente de concentración.

Oleorresinas

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

Percolación	Consiste en pasar el solvente a través de la especie, hasta su completa extracción. Se utiliza una etapa preliminar de humedecimiento de la especie, para facilitar el paso del solvente, aumentando el contacto, evitando la formación de falsas vías que perjudican la eficiencia del proceso.
Solvente	Es una sustancia que permite la dispersión de otra en su seno.
Flavonoides	Son los pigmentos virtualmente universales en las plantas. Casi siempre solubles en agua y son responsables del color de flores, frutos y, algunas veces, de las hojas. Los flavonoides están también universalmente presentes en la cutícula de la hoja y células epidérmicas, donde aseguran protección contra el efecto de la radiación ultravioleta.
Secado	Operación unitaria que consiste en la eliminación de un solvente de un sólido o una solución que lo contiene por medios no mecánicos y químicos, sino únicamente térmicos.

RESUMEN

El presente trabajo de investigación consistió en la evaluación del rendimiento extractivo, tiempo óptimo de extracción y caracterización fisicoquímica del contenido de la fracción lipídica de dos tipos de cachaza mixta, obtenida de dos ingenios que utilizan caña quemada y no quemada, (ingenios ubicados en la costa sur de país) utilizando diferentes solventes.

Para esto se realizó una evaluación mediante los parámetros de medición (temperatura, solvente, tiempo, tamaño de partícula). Los solventes utilizados fueron tres de distintas constantes dieléctricas; el tamaño de partícula utilizado fue entre los tamices No. 20 y No. 40, dando un tamaño de partícula en un rango de 850 a 425 micrones.

Se estableció que utilizando un solvente con una baja constante dieléctrica (hexano), uno con constante dieléctrica media (acetato de etilo) y otro con una constante mayor (metanol), el rendimiento de extracción varía o se ve afectado por la interacción de los solventes seleccionados y la afinidad de los metabolitos secundarios presentes. Resultando un 23,55 % de rendimiento para el metanol, 11,27 % para el hexano y un 9,34 % para el acetato de etilo en la cachaza 1, y para la cachaza 2 con un 23,17 % para el metanol, 9,83 % para el hexano y 8,91 % para el acetato de etilo, dando como resultado que las cachazas contengan, aproximadamente, el mismo rendimiento por solvente; pero los solventes sí tienen diferencias entre su rendimiento de extracción.

Se determinó que la cachaza es la que cuenta con la mayoría de fracción lipídica, entre 9 a 24 %, ya que al comparar los rendimientos de extracción contra

los rendimientos de la extracción, utilizando cutícula de la caña, se apreció la falta de contenido lipídico en la misma, siendo este casi nulo, menor al 1 %.

Para la caracterización fisicoquímica de las fracciones lipídicas obtenidas se realizó la cromatografía de gases con acoplamiento a espectrometría de masas en la cual se demostró que el hexano y el acetato de etilo son más selectivos en su extracción, ya que se obtuvieron los mismos lípidos en ambas cachazas en tiempos similares (entre ellos el campesterol y stigmasterol, a tiempo de 29 minutos en cromatografía); el metanol que cuenta con una mayor constante dieléctrica; en su interacción en el proceso de extracción logró extraer mayor cantidad de lípidos, aunque no de una manera selectiva ni en tiempos parecidos, ya sea entre cachazas o entre lípidos recuperados.

También se realizó cromatografía en capa fina para la determinación de saponinas, flavonoides y aceites esenciales en la fracción lipídica de la cachaza, las cuales variaron dependiendo del solvente que se utilizó para su extracción. Con el solvente metanol no se obtuvieron saponinas en el extracto, a pesar de que sí se obtuvieron con los 2 solventes de baja constante dieléctrica. En la determinación de aceites esenciales, los tres solventes lograron extraerlos y se encontraban presentes en cada extracto.

Se determinó que, para la fracción lipídica obtenida, el solvente con mayor rendimiento en ambas cachazas fue el metanol, con un rendimiento muy parecido en ambas cachazas, siendo este de 23 %, demostrando que la cachaza sea quemada o no, posee las mismas fracciones lipídicas y no se ve afectada en su obtención.

OBJETIVOS

General

Evaluar los rendimientos y la caracterización fisicoquímica de la extracción Soxhlet de la fracción lipídica presente en la cachaza mixta proveniente de dos ingenios, mediante tres solventes de diferentes constantes dieléctricas.

Específicos

1. Evaluar los efectos del valor de las constantes dieléctricas de los solventes seleccionados en el rendimiento de extracción de la fracción lipídica de la cachaza.
2. Evaluar el rendimiento de la extracción sólido-líquido Soxhlet de la fracción lipídica en ambas cachazas, en función de cada solvente.
3. Obtener un perfil de ácidos grasos de la fracción lipídica obtenida, con el fin de identificar sus componentes.
4. Obtener una caracterización fisicoquímica de la fracción lipídica obtenida e identificar sus componentes.
5. Comparar la fracción lipídica obtenida a partir de la cachaza, con la obtenida de la cutícula de la caña de azúcar molida.

6. Determinar los tiempos de extracción de las fracciones lipídicas obtenidas en función de cada solvente utilizado.

HIPÓTESIS

Las propiedades y el porcentaje de rendimiento de la fracción lipídica extractable que se obtiene de la cachaza proveniente del desecho de la producción de azúcar, extraída por la técnica Soxhlet, puede ser afectada en función de la constante dieléctrica de cada solvente a utilizar.

HIPÓTESIS ESTADÍSTICA

Hipótesis nula

Ho: Las propiedades y el porcentaje de rendimiento de la fracción lipídica extractable que se obtiene de la cachaza proveniente del desecho de la producción de azúcar, extraída por la técnica Soxhlet, no se ve afectada en función de la constante dieléctrica de cada solvente a utilizar.

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

Hipótesis alternativa

H₁: Las propiedades y el porcentaje de rendimiento de la fracción lipídica extractable que se obtiene de la cachaza proveniente del desecho de la producción de azúcar, extraída por la técnica Soxhlet, se ven afectados en función de la constante dieléctrica de cada solvente a utilizar.

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

INTRODUCCIÓN

La agroindustria tiene un papel de gran importancia en nuestro país, ya que mejora e incrementa el desarrollo en el mismo, debido a esto, es muy importante investigar y tomar en cuenta cada uso que se pueda tener de cada cultivo o especies vegetales, las cuales son bastante diversas en Guatemala; entre estas existe una gran variedad de frutos y plantas, como la caña de azúcar.

La caña de azúcar (*Saccharum officinarum*) es de mucha utilidad, ya que constituye la principal materia en la obtención de sacarosa, así como en la producción de energía eléctrica y etanol.

Durante la producción de azúcar se obtiene un desecho a partir de la etapa de molienda llamado cachaza o torta de filtro; esta es un abono natural y no tiene ningún otro uso en la industria. La cachaza es producida durante la clarificación que se realiza al jugo de caña en la industria azucarera; se recoge a la salida de los filtros al vacío, presentando aproximadamente un 25 % de materia seca. Físicamente la cachaza es un material de forma esponjosa, marrón, de color oscuro; está constituido por una mezcla de fibra de caña, sacarosa, coloides coagulados, ceras, fosfatos de calcio y partículas de suelo.

La cachaza es un residuo de la industrialización de la caña de azúcar, de color marrón oscuro, compuesto por sacarosa, azúcares simples, coloides coagulados, cera, fibra de caña, partículas de suelo y una importante presencia de elementos minerales. La cachaza es un subproducto en la fabricación de azúcar en bruto.

La cachaza es un lodo filtrado y prensado separado por sedimentación y filtración del jugo de caña que se obtiene a partir de la caña madura. La cantidad de cachaza producida y su composición, varía según la localización de los cultivos, la variedad de caña, la eficiencia de molienda, el método de clarificación, entre otros.

En el presente trabajo de graduación se realizó la evaluación del contenido extractable de la fracción lipídica de la cachaza, proveniente de ingenios de la región de Guatemala; también se realizó una caracterización de dicha fracción lipídica a nivel laboratorio por medio de la técnica Soxhlet, utilizando tres solventes distintos (metanol, acetato de etilo y hexano), los cuales poseen distintas constantes dieléctricas, determinando su rendimiento, además de las propiedades fisicoquímicas entre ellas: densidad, índice de refracción y composición química.

Las muestras recolectadas en los diferentes ingenios de la región son de tipo cachaza mixta; los mismos se ubican en la costa del Pacífico, con el propósito de evaluar distintas áreas y cosechas del país.

Los resultados obtenidos en esta investigación corresponden a la evaluación del rendimiento de extracción efectiva de la fracción lipídica en función del tipo de solvente utilizado a nivel laboratorio, caracterización fisicoquímica del extracto e identificación de los componentes químicos de la cachaza.

1. ANTECEDENTES

En el Centro de Investigaciones de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala se han realizado varios proyectos de investigación en extracción de aceites esenciales y oleorresinas, entre la cuales están los estudios de ajo, jengibre, eucalipto, cardamomo, romero y varios cítricos. Sin embargo, en cuanto a oleorresinas han sido pocos los estudios.

En el 2016, Iván Eduardo de León Barrientos, asesorado por el Ing. Mario José Mérida Meré y la Inga. Telma Maricela Cano Morales, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada *“Caracterización fisicoquímica y evaluación del rendimiento de aceite fijo de cacao criollo a escala laboratorio, utilizando los métodos de maceración estática y maceración dinámica con reflujo”* Según los resultados obtenidos para los índices de calidad, se establece que el índice de yodo disminuyó con la temperatura de extracción, indicando de esta forma, que al aumentar la temperatura, el aceite fijo extraído contiene una mayor cantidad de ácidos grasos insaturados.

Según los resultados de los índices de calidad de saponificación, ácidos grasos libres y materia prima insaponificable, la cantidad de jabón que puede producirse con aceite de semilla de cacao es independiente de la temperatura de extracción, aunque se encontró que la agitación reduce la cantidad de materia prima insaponificable.

En el 2014 Diana Gabriela del Rosario Jo, asesorada por el Ing. Mario José Mérida Meré y el Ing. Cesar Alfonso García Guerra, de la Facultad de Ingeniería

de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada "*Evaluación de la recuperación de fracción lipídica proveniente del residuo sólido de soluciones de café bebible, procedentes de expendios de café en taza y planta de café soluble*". La misma tuvo como objetivo principal evaluar el rendimiento de la fracción lipídica de cuatro fuentes de residuo de café. En los objetivos específicos se caracterizó el extracto lipídico por medio de los índices de calidad para aceites; se determinaron los ácidos grasos que componen la fracción lipídica mediante una cromatografía de gases y se evaluó el grado de decoloración con carbón activado.

Se establecieron las diferencias entre las dos fuentes de materia prima utilizadas según los análisis realizados. La finalidad de dicho estudio fue iniciar investigaciones a partir de la fracción lipídica de café para posteriores aplicaciones.

En el 2013, Evelyn Lissette Figueroa Fuentes, asesorada por el Ing. Mario José Mérida Meré y la Inga. Telma Maricela Cano Morales, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada "*Evaluación del rendimiento y caracterización fisicoquímica de la extracción de la fracción lipídica de la copra del coco variedad verde, utilizando tres solventes a escala laboratorio*". La misma tuvo como objeto extraer la fracción lipídica de coco a escala laboratorio por medio de una extracción sólido-líquido, utilizando la técnica de maceración dinámica con reflujo a la temperatura de ebullición del solvente.

Se obtuvo la caracterización fisicoquímica de la fracción lipídica, evaluando su solubilidad, densidad, punto de fusión e índice de refracción. También se determinó el perfil de ácidos grasos de la fracción lipídica extraída con cada

solvente mediante cromatografía gaseosa, empleando un detector de ionización de llama (FID).

En el 2013 Edwin José Saravia Cano, asesorado por el Ing. Mario José Mérida Meré y la Inga. Telma Maricela Cano Morales, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “*Evaluación del rendimiento extractivo, contenido de pineno y tiempo óptimo de extracción del aceite esencial de ciprés, obtenido de hojas, ramillas y frutos mediante el método de hidrodestilación a nivel laboratorio*”. En la investigación se demostró que el índice de refracción no se ve afectado en gran significancia en las extracciones realizadas y que el mayor rendimiento de extracción proviene del fruto del ciprés y no de la base del árbol.

En el 2012, Margarita María López Gomar, asesorada por el Ing. César Alfonso García Guerra y el Ing. Adrián Antonio Soberanis, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la investigación de tesis titulada “*Caracterización de la fracción lipídica extractable de la semilla del árbol Neem, obtenida a nivel laboratorio por lixiviación*” El objetivo principal fue la caracterización de la fracción lipídica de la semilla de Neem, además del tamizaje fitoquímico, el cual confirmó la presencia de sesquiterpenlactonas, flavonoides y antiocianinas, mas no de triterpenoides, los cuales son referidos en la literatura.

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

se establece la existencia de un primer periodo en el que varía el pH de las soluciones extractoras por efecto de hidrólisis forzada sobre el coadyuvante y de acidificación intensa en el caso del agua.

Después de dicho periodo, el pH de las soluciones transcurre sin variación; diferenciando así dos etapas de extracción monitoreables.

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

En abril del 2008, el Ingeniero Mérida Meré, Mario José, realizó una investigación en el Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC, asesorado por la Ingeniera Telma Maricela Cano Morales, para su trabajo de graduación denominado: "*Extracción y caracterización fisicoquímica del tinte natural obtenido del exocarpo del coco (*Cocos nucifera*), como aprovechamiento del desecho de fuentes comerciales*". El mayor valor de rendimiento fue de 18,63 % utilizando agua como solvente. Se observa que el extracto colorante obtenido del exocarpo del coco, posee rutina, ácido clorogénico e hiperósido independiente del solvente utilizado; la prueba para quercentina es negativa para todos los extractos.

En el 2006, Nora Deulofeu, asesorada por Inga. Telma Cano, de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, realizó la

investigación de tesis titulada “*Determinación del rendimiento de la oleorresina de tres distintas clases de cardamomo (Elattaria cardamomum Maton) cultivado en Alta Verapaz, extraída por maceración dinámica y dos solventes distintos, a nivel laboratorio*” en esta investigación se determinó a través de un análisis cromatográfico de capa fina, los componentes mayoritarios de la oleorresina y a partir de cromatografía de gases acoplada con espectrometría de masa la cantidad de componentes mayoritarios de la oleorresina. Se utilizó como método de extracción maceración dinámica. Se obtuvo el mayor rendimiento con un valor de 6,3 %, utilizando etanol como solvente.

Tito Vides, asesorado por la Inga. Telma Cano, en octubre de 2005, en el Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC realizó la investigación de tesis denominada “*Obtención y caracterización de oleorresina de clavo (Eugenia cariophyllata, Thunb), cultivado en Guatemala, a nivel planta piloto*”. La extracción se realizó por medio de maceración estática teniendo como variable el tiempo (12, 24, 36 horas) con la finalidad de determinar cuál era el mejor tiempo a la vez de conocer la pureza del producto obtenido y si existió la presencia de Eugenol.

El análisis cromatográfico de capa fina, confirmó presencia del Eugenol, como el compuesto mayoritario, en las nueve extracciones; además que se determinó que no existe diferencia significativa en el rendimiento porcentual de oleorresina de clavo (*Eugenia cariophyllata, Thunb*) a diferentes tiempos de maceración.

En el 2004, Julio López, asesorado por la Inga. Telma Cano, en el Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería de la USAC, realizó el estudio de tesis denominado “*Evaluación del rendimiento de oleorresina de las hojas de laurel (Litsea guatemalensis Mez.) de Tecpán, Chimaltenango, en función del*

tamaño de partícula, utilizando dos solventes distintos a nivel planta piloto". Los resultados obtenidos demostraron que el máximo rendimiento de oleoresina es de 7,5 %; además se ha podido establecer que entre el etanol y el hexano, el primero extrae más que el segundo.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Cachaza

La cachaza es un residuo de la industrialización de la caña de azúcar, de color marrón oscuro, compuesto por sacarosa, azúcares simples, coloides coagulados, cera, fibra de caña, partículas de suelo y una importante presencia de elementos minerales. La cachaza es un subproducto en la fabricación de azúcar en bruto.

La cachaza es un lodo filtrado y prensado separado por sedimentación y filtración del jugo de caña que se obtiene a partir de la caña madura. La cantidad de cachaza producida y su composición, varía según la localización de los cultivos, la variedad de caña, la eficiencia de molienda, el método de clarificación, entre otros.

En general la composición de la cachaza es:

- 40 % de materia orgánica
- 1,76 % de Nitrógeno
- 3,0 % de P_2O_5
- 0,42 % de K_2O
- 1,07 % de MgO
- 36,7 % de CaO

Sin embargo, cualquiera que sea el volumen obtenido, esta contiene diferentes sustancias de importancia, como cera cruda, grasas, fibras, azúcares

y proteína cruda, entre otros, que la convierten en una materia prima de gran valor. Varios usos pueden ser propuestos para la cachaza, aunque en la mayoría de los países es simplemente esparcida en los campos de caña como fertilizante, alrededor de seis semanas después de la siembra.

De acuerdo con investigaciones realizadas en la República de Mauricio, su contenido de fosfato (P_2O_5), nitrógeno y potasio beneficia la planta en su etapa de crecimiento. Investigaciones efectuadas en Australia, han dado como resultado que la cachaza desprovista de cera puede ser utilizada como abono orgánico humificado para acondicionar y conservar la humedad de los suelos.

Por otra parte, en México se elaboran compostas con cachaza y bagazo, mediante un proceso de fermentación aeróbica y anaeróbica combinado, al aire libre utilizando inoculantes a base de microorganismos celulíticos. El procesamiento toma 90 días y al final de este se rescatan volúmenes considerables de nutrientes de gran valor como nitrógeno, fósforo y potasio. Las pruebas de campo efectuadas indican que con 2,3 toneladas de composta por hectárea, se puede incrementar el 20 por ciento del rendimiento en caña de azúcar, haciendo factible su uso, tanto técnica como económicamente.

De la cachaza se puede extraer cera, mediante la aplicación de métodos bien conocidos mundialmente, para separarla del resto de las sustancias contenidas en la cachaza. Los más usuales son el método de doble solvente y el de solvente simple. La cera así extraída puede ser utilizada para la fabricación de betún, cosméticos, emulsión para recubrir cítricos y otros frutos frescos destinados a la exportación, cera para dar brillo a pisos, carros y muebles, entre otros.

Otros subproductos como grasas y aceites son indeseables para la producción de cera, pero como fuente de energía son totalmente utilizables y pueden tornarse en una valiosa contribución para la alimentación de ganado; finalmente, la cachaza es un excelente alimento animal, debido a su contenido de azúcares, proteína, nitrógeno y otros nutrientes, aunque se recomienda disminuir el contenido de agua, el cual está por un 75 %.

Figura 1. **Cachaza**



Fuente: elaboración propia, cachaza obtenida en uno de los ingenios.

2.1.1. Obtención

La cachaza es el residuo que se obtiene del proceso de filtración de los jugos, llamado clarificación. En el ingenio azucarero el jugo diluido que se extrae de la molienda se pesa en básculas con celdas de carga para saber la cantidad de jugo sacaroso que entra en la fábrica.

2.1.2. Clarificación

El jugo que exprimen los molinos es ácido, turbio y de color verde oscuro. En el proceso de clarificación, ideado para eliminar tanto las impurezas solubles como las insolubles, es universal el uso de la cal y el calor como agentes clarificadores. La lechada de cal, preparada con aproximadamente una libra (450 g) de CaO por tonelada de caña, neutraliza la acidez natural del jugo, y forma sales insolubles de cal, principalmente en forma fosfatos de calcio. La calefacción del jugo alcalino, hasta el punto de ebullición, o un poco más allá de este punto, coagula la albúmina y algunas de las grasas, ceras y gomas, y el precipitado que así se forma engloba tanto los sólidos en suspensión como las partículas más finas.

Mediante la sedimentación, se logra la separación de los lodos del jugo claro (esto se hacía antiguamente en tanques individuales de decantación, mientras que hoy en día es casi universal el uso de clarificadores cerrados continuos de varias bandejas). Los lodos se pasan en filtros de tambor rotatorio al vacío, o, en algunas fábricas, en filtros de láminas a presión.

El jugo de los filtros-prensas retorna al proceso, o se añade directamente al jugo claro, y la otra de las prensas (llamada “cachaza” en América Latina) se tira, o se lleva a los campos como fertilizante. El jugo clarificado, de color café oscuro retorna a los evaporadores sin sufrir tratamiento adicional. Ha sido desarrollada una amplia gama de variantes del tratamiento del jugo con calor y cal, en una clarificación continua en un solo clarificador del tipo de bandejas, con filtración de las aguas enlodadas en filtros al vacío.

En general, se añade la cal suficiente para neutralizar los ácidos orgánicos que contienen el jugo, y después se eleva la temperatura a 200 °F o más. Este

tratamiento a base de cal y calor forma el precipitado pesado de composición compleja del cual una parte es más ligera y pesada que el jugo; este es un precipitado que contiene sales insolubles de cal, albúmina coagulada, y diversas proporciones de las ceras, grasas y gomas que contiene el guarapo. Este precipitado floculento lleva consigo la mayor parte del material fino que está en suspensión en el guarapo y no ha sido extraído por el tamizaje mecánico. La separación de este precipitado del jugo que lo rodea se logra casi universalmente por sedimentación y decantación.

Figura 2. **Proceso azucarero, obtención de cachaza**



Fuente: elaboración propia, empleando SmartArt.

2.1.3. **Formación del precipitado en el clarificador**

Se ha otorgado mucha atención a la formación del precipitado con el tratamiento de cal y calor y algunas veces con ayuda de un floculante aditivo como el fosfato. Se ha demostrado de forma concluyente que el método

empleado para agitar el precipitado tiene mucho que ver con la eficacia de la clarificación.

Cuando se está formando el precipitado, la cantidad de movimientos que se debe tratar de lograr es la que provoque que los flóculos se muevan con suavidad y choquen y se adhieran entre sí. Los precipitados que se vuelven a dispersar o resultan separados por acción mecánica, raras veces vuelven a juntarse y formar flóculos del tamaño original.

Se encontró que la agitación mecánica vigorosa efectuada después de la formación de flóculos tiende a arrancar partículas de los mismos y evita la decantación. La agitación vigorosa antes de la formación de flóculos (es decir, durante la aplicación de cal) es beneficiosa, pero después que los flóculos se han formado, el tratamiento mecánico debe ser sumamente suave para evitar daños al precipitado.

Figura 3. **Clarificador de jugo de azúcar**



Fuente: elaboración propia, clarificador de jugo utilizado en ingenio número 1.

2.1.4. Naturaleza del residuo sólido del clarificador (cachaza)

El sedimento que se forma en el guarapo de caña bajo la acción combinada de la cal y el calor es primordialmente fosfato tricálcico combinado que, debido a su naturaleza floculante, engloba y absorbe otros no azúcares que son precipitados por el cambio de reacción, por el calor y por la cal misma. El precipitado que así se forma depende de muchas variables, tales como la variedad, madurez y frescura de la caña, el procedimiento seguido en la clarificación y el pH. En una de las primeras investigaciones de épocas modernas, algunos investigadores declararon que dentro de la gama de la alcalinidad moderna que se utiliza para la clarificación del guarapo, parece ser cierto que hay pocas reacciones cuantitativas, si es que las hay en absoluto.

Los no azúcares eliminables varían considerablemente según la diversidad de caña, las condiciones de su desarrollo, edad y madurez; por esto nunca podrán ser representados por un óptimo general obtenible.

2.1.5. Tratamiento de la cachaza

La cachaza es un residuo que se obtiene en el proceso de clarificación de los jugos de caña, que incluye materias terrosas e impurezas orgánicas, y a su vez tiene cambios en el proceso de filtrado.

2.1.5.1. Cambios en los procedimientos de filtración

Para que la cachaza de los clasificadores pueda ser exprimida en filtros prensa hay que diluirla, dejarla que sedimente, y decantarla. En los procedimientos antiguos, se calentaban y decantaban estas aguas enlodadas en cachaceras y se extraía el guarapo clarificador por decantación; después se

volvía a diluir, calentar y sedimentar la cachaza de decantación y se extraía el jugo fluido de esta decantación. Una tercera dilución y calefacción, seguida de prensado en filtros, producía una solución fluida que filtraba rápidamente y dejaba poco azúcar en la torta de prensa.

2.1.5.1.1. Prensado en filtros

De todas las operaciones encontradas en la manufactura del azúcar de caña, la clarificación es quizá uno de los más importantes. Tanto la cantidad por unidad de peso como la calidad del azúcar dependen en gran medida de la pureza del jugo claro, el cual es producto de la clarificación.

- Preparación preliminar: debido a la importancia de este factor, la filtración de lodos deberá analizarse no solo desde el punto de vista de la eficiencia, sino también de la calidad del filtrado.
- Ajuste de la reacción: la cachaza sedimenta y trabaja más fácilmente en las prensas si es alcalina; por lo tanto, se puede alcalinizar, generalmente a pH no superior de 8,0 a 8,5. Aquí, el exceso de cal es perjudicial, por el mismo motivo que lo es en el jugo claro. Muchos consideran que es preferible omitir la alcalinización adicional y filtrar los jugos de prensa a la misma reacción que el jugo claro, y algunos recomiendan su neutralización con carbonato sódico. La alcalinización alta de la cachaza también ha sido recomendada, aunque son aplicables las mismas objeciones que a un pH elevado en el guarapo clarificado.
- Los filtros-prensa: son probablemente los aparatos más antiguos para filtración de azúcar aún en uso. Descrito brevemente, consiste en una serie de placas y marcos, o placas con reborde, sobre las cuales se

colocan telas filtrantes. Un armazón fuerte soporta las placas y los marcos, y contiene un tornillo potente que comprime los elementos filtrantes. La cachaza generalmente se introduce por alimentación lateral en una esquina de la parte superior de cada marco, y el jugo filtrado fluye por aberturas idóneas situadas en la parte inferior de las placas. El jugo pasa a través de las lonas filtrantes, y la cachaza se acumula hasta que queda lleno el receptáculo entre los paños. Las presiones son del orden de 30 a 50 libras por pulgada cuadrada (de 2 a 3 ½ atmósferas) y las temperaturas son de 80 °C (175 °F) o más.

- Lavado de torta: la disposición de los filtros-prensa suele ser tal que se puede desplazar el jugo y lavar la torta con agua. En la práctica, ningún sistema de lavado de la torta de filtro-prensa ha resultado satisfactorio. Los mejores resultados se obtienen por filtración de una cachaza tan diluida que la torta que produce se puede desechar sin lavarla. El jugo residual presente en la torta se puede reducir sopándolo con aire o vapor al final del ciclo; estos procedimientos tampoco han resultado totalmente satisfactorios.
- Los filtros rotativos al vacío: después de su introducción en 1935, los filtros rotativos de cachaza Oliver-Campbell sustituyeron rápidamente a los filtros-prensa. El filtro de tipo rotativo al vacío que se usaba corrientemente en otras industrias fue adaptado para la industria azucarera. Este filtro consiste de un tambor rotativo cubierto de láminas perforadas de cobre u otro metal, que se zambulle en un baño que contiene cachaza. A medida que gira, se aplica succión sucesivamente a segmentos diferentes del tambor, y la succión forma una torta fina en la superficie filtrante. En estos filtros se dan las siguientes circunstancias y desventajas:

- La torta que así se forma pasa debajo de duchas lavadoras; la succión la seca, y desprende raspadoras que la guían a un transportador de desechos. A la cachaza de clarificadores se añade una cantidad pequeña de bagazo fino (bagacillo), que se obtiene por tamizado o separación por aire del bagazo del último molino, para ayudar en la filtración.
- La gran ventaja del filtro rotativo estriba en la eliminación del departamento de filtro-prensa, y de la numerosa mano de obra que este departamento necesita. Por este motivo han sido instalados filtros de este tipo en todas partes; los filtros prensa han sido casi completamente sustituidos por el sistema de filtros-rotativos, el cual es automático.
- La gran desventaja del sistema de filtros rotativos al vacío en la forma que se acaba de describir, es que muy raras veces produce un filtrado que es suficientemente claro para ir directamente al evaporador. Por lo tanto, hay que recircular el total de jugos de filtros, y esto constituye una carga adicional sobre el departamento de clarificadores. También, según algunas autoridades, los flóculos separados que contiene el jugo de filtros son perjudiciales para la formación debida de flóculos en el torrente principal del guarapo.

Figura 4. **Filtro de cachaza**



Fuente: elaboración propia, filtro de cachaza utilizada en ingenio 1.

- Cantidad de torta de cachaza de los filtros: sea cual fuere el sistema de extracción de cachaza que se emplee, la cantidad de torta en los filtros varía mucho, de acuerdo con la localidad y otros factores. La eficacia de la molienda, del tamizado de jugos, la cantidad de cal y aditivos especiales que se usan en la clarificación, todos estos factores afectan el peso final de la cachaza extraída. En general, la producción de la cachaza por tonelada de caña aumenta según progresa la zafra. La recolección mecánica es

fuente evidente del aumento de cachaza, porque introduce basura y tierra de los campos. Con tal grupo de variables, los pesos de tortas de filtros, y especialmente de torta húmeda, son de dudoso valor. Los datos que aquí se citan tienen que considerarse como guías generales, y no cifras exactas ni criterios fijos.

Cuando se usaban filtros-prensa era fácil pesar la torta, y se obtenían cifras bastante exactas. En Cuba, se obtenía un promedio de 30 a 40 libras de tortas de prensa por tonelada de caña, con humedades de 35 % a 55 % y las cifras reportadas de Java y Puerto Rico eran similares. La doble filtración en prensas producía menos torta, pero, según se observó, también mandaba más sólidos redisueltos a la fábrica. Las cifras de producción de tortas de filtro rotativo al vacío llegan desde 60 hasta 100 libras (27 a 45 Kg.) por tonelada de caña, con humedades de 65 % a 80 %.

Las cifras obtenidas en Honduras son de 62 % a 115 % libras (27,9 kg a 51,75 kg.) de torta por tonelada de caña, con cachaza de 70 % a 75 % de humedad. Las cifras de Puerto Rico en 1960 fueron de 80 libras (36 kg.) y 80 % de humedad por tonelada de caña.

2.2. Caña de azúcar

La caña de azúcar es una hierba gigante que pertenece al género *Saccharum*. Las cañas llamadas nobles o nativas, que eran todas las cultivadas en las regiones tropicales y semitropicales del mundo, hasta la introducción de las variedades nacidas de semillas, pertenecen todas a la misma especie: *Saccharum officinarum*.

Las amplias variaciones en el tamaño, el color y el aspecto son resultado de las diversas condiciones de terreno, del clima, métodos de cultivo y selección local. En la actualidad, la mayor parte de las autoridades en la materia reconocen cuatro especies adicionales: *Saccharum barberi*, *Saccharum sinense*, *Saccharum spontaneum* y *Saccharum robustum*. Las primeras dos de estas, conocidas generalmente por caña india y caña china, son duras y de poco diámetro y son utilizadas, en conjunto con la *Saccharum spontaneum* (la caña silvestre del sur de Asia y las islas del Pacífico), para fines de cruzamiento, debido a su resistencia o inmunidad al mosaico y a otras enfermedades. La caña «Uba» es una de las pocas variedades de la *Saccharum sinense* que contiene suficiente sacarosa para que valga la pena molerlas. *Saccharum robustum* es la especie que Brandes reconoció originalmente en la Nueva Guinea.

Figura 5. Caña de azúcar



Fuente: SPENCER, George; MEADE, G. P. *Manual de azúcar*. p. 18.

2.2.1. Sistema de cultivo

La maduración de la caña depende de muchos factores, de los cuales el más importante es la cantidad y distribución de la precipitación pluvial. En los lugares en donde se aplica regadío, la maduración de la caña se controla mediante la regulación de la cantidad de agua. En sitios donde no hay regadío, la planta madura a medida que se aproxima la época fría o seca, y los rendimientos más elevados de azúcar se encuentran en países donde se da una larga temporada de sequía. A medida que la planta se aproxima a la madurez, aumenta el contenido de sacarosa de los tallos y disminuye el de azúcares reductores. Es frecuente que se evalúe el grado de madurez por la sacarosa o los azúcares reductores que contienen las cañas en el campo.

En Guatemala, la época de cosecha (zafra) se inicia a mediados de noviembre y termina a finales de abril, época seca en Guatemala; el cultivo es cosechado a los 12 meses de edad, que es cuando alcanza la mayor concentración de azúcar.

2.2.2. Recolección

La recolección de la caña de azúcar puede ser manual o mecánica.

2.2.2.1. Recolección manual

El corte de la caña a mano sigue siendo la forma más común de cosecharla, aun en países en los cuales la mecanización ha progresado en otras fases del trabajo agrícola. Los tallos se cortan a ras del suelo con machete, y el cogollo se corta y se separa del tallo; el corte se hace por un punto inmediatamente arriba del último canuto que posee color en el extremo superior del tallo. A la vez que

se corta y descogolla la caña, se quitan también las hojas. La caña cortada a mano es mucho más limpia que la que se obtiene de cualquiera de los tipos de maquinarias existentes hasta la fecha, pero el aumento del costo de la mano de obra ha intensificado la búsqueda de equipo idóneo para la cosecha.

El corte manual se realiza en un 75 % del área y para ello se utiliza el machete australiano, con un diseño ergonómico que permite menor cansancio en el cortador y mejor calidad en la actividad de corte.

En la caña cosechada manualmente es importante controlar el % de impurezas (tierra, hojas, tallos inmaduros) que reducen la capacidad de recuperación de azúcar en el proceso industrial. En el corte manual el cortador tiene un promedio de 6 ton/día (cortando caña quemada).

Figura 6. **Corte manual**



Fuente: SPENCER, George; MEADE, G. P. *Manual de azúcar*. p. 68.

2.2.2.2. Recolección mecánica

Hace más de 20 años que se están utilizando máquinas cosechadoras de caña de Luisiana y Hawái, zonas en las cuales se recoge a máquina toda la cosecha. En Puerto Rico se está experimentando la recolección mecánica y en Australia también se han desarrollado máquinas que recogen un 20 % de la cosecha. El ahorro obtenido mediante recolección a máquina, unido al que se logra con la siembra, el cultivo y el transporte por medio mecánico, resulta enorme. En Hawái se invierten menos de 2 horas/hombre/tonelada de caña; en Florida, unas 2,25 y en Luisiana, cerca de 4, en comparación con 11 horas que se requieren por tonelada de caña en Puerto Rico.

En la época en que se utilizaba labor manual y tracción animal, la cifra llegaba a unas 23 horas hombre por tonelada. La caña que se obtiene mediante la recolección mecánica lleva mucha basura y tierra de los campos, que producen resultados adversos.

En Guatemala, un 25 % de la caña es cosechada en forma mecánica. Las cosechadoras permiten realizar la labor más fácilmente, aunque tiene el inconveniente de entregar producto de inferior calidad al realizarlo manualmente. El corte en verde es posible utilizando esta maquinaria, sin encarecer los costos de operación.

Una de las primeras máquinas cosechadoras de caña que fueron introducidas fue la "Thompson", y el modelo más reciente montado sobre un tractor de orugas, corta un surco de caña a la vez llamada "Hurricane". Esta cosechadora no separa las hojas de los tallos. En tiempo seco, las hojas se eliminan mediante la quema de la caña cortada que yace sobre el suelo.

Se han diseñado varios tipos de máquinas experimentales para cortar la caña y dividir los tallos en trozos, los cuales eliminan las hojas y la basura por medio de cepillos; pero no han tenido éxito estas máquinas al ser llevadas a plena operación.

También se están usando máquinas experimentales de varios tipos desarrolladas por la estación experimental de Hawái; de estos, hay uno que corta la caña a ras del suelo, eleva los tallos cortados a un transportador transversal y deposita la caña en un camellón. Este aparato produce un mínimo de basura y tierra y no hace mucho daño a las raíces.

Figura 7. **Corte mecanizado**



Fuente: GEANKOPOLIS, Christine. *Proceso de transporte y operación unitaria*. p. 16.

2.2.3. Deterioro de la caña después de cortada

Hace muchos años se sabe que la caña recién cortada es superior a la que ha yacido en los campos o en montones de almacenamiento durante algún tiempo. Las investigaciones más recientes subrayan la importancia que tiene que la caña sea molida recién cortada, y demuestran que las pérdidas en los campos y en las pilas de almacenaje pueden ser muy grandes.

La pérdida puede ser resultado de una de dos causas, o de las dos: la pérdida de humedad, que disminuye el peso de la caña, pero de la que puede resultar una caña con mayor porcentaje de sacarosa, o la inversión y el deterioro, cuya estrecha asociación con la pérdida de humedad durante el almacenamiento ha sido demostrada.

Las pérdidas son elevadas. Es posible que en cuatro días se pueda perder hasta el 11 % del peso de la caña, y, en 8 días, el 17 %. La suma de las pérdidas por inversión y evaporación puede hacer que el rendimiento en azúcar después de 8 días en el campo sea inferior a la mitad del rendimiento obtenido de cañas frescas.

2.2.4. La caña quemada

En Hawái, toda la caña se quema antes de cortar, mientras que en Luisiana se acostumbra quemarla después de cortada, si el tiempo lo permite. Con la introducción de la recolección por medios mecánicos ha aumentado mucho la quema intencional de la caña. En muchas áreas donde todavía se usa el corte a mano (Puerto Rico, Florida y Guatemala) la caña se quema con el fin de ahorrar mano de obra.

La caña no se perjudica por ser quemada, pero la velocidad a la cual se deteriora aumenta mucho si se quema, sobre todo si cae lluvia sobre la caña quemada. Puesto que se acelera su deterioro; la caña quemada debe cosecharse y molerse inmediatamente.

Los guarapos de las cañas quemadas no se clarifican con tanta facilidad como los que proceden de cañas sin quemar, y los primeros producen más incrustaciones en los evaporadores. Es posible que el jugo de las cañas quemadas traiga consigo partículas minúsculas de carbón durante todo el proceso de fabricación y que estas lleguen a aparecer en el azúcar.

La quema de la caña en los campos antes del corte, elimina gran cantidad de componentes en la cutícula de la caña de azúcar, bajando el porcentaje de recuperación de fracción lipídica en los residuos de la clarificación.

2.2.5. La caña no quemada

La caña es directamente cortada del campo sin quemar sus hojas, lo que lo hace más dificultoso, pero aumenta el rendimiento al no perder recubrimientos de cutícula y protege la caña de ser incinerada una parte de ella, provocando pérdidas en sacarosa.

2.2.6. La caña mixta

Se nombra caña mixta a la que entra al ingenio para ser procesada, de manera que viene de un campo donde una parte de la cosecha se quema y la otra no.

2.2.7. El transporte

El método que se utiliza para transportar la caña a la fábrica depende de las condiciones locales. El transporte motorizado se está utilizando cada vez más en la mayor parte de las áreas cañeras y ha reemplazado a la tracción por mulas.

Las vagonetas y tractores están equipados de llantas de goma que permiten el acceso a los campos en tiempo lluvioso, poseen gran capacidad y son más rápidos que los métodos antiguos.

2.2.8. La temporada de zafra

La fabricación de azúcar crudo y la obtención de cachaza coinciden por necesidad, con la temporada durante la cual se cosecha la caña, ya que no se resiste ser almacenada por mucho tiempo. En Guatemala, la época de cosecha se inicia a mediados de noviembre y termina a finales de abril, época seca en Guatemala.

2.2.9. Composición de la caña de azúcar

Las cañas de semillero, que en la actualidad constituyen toda la zafra de Luisiana, tienen composición diferente que la de las cañas nobles importadas, cuyos porcentajes de componentes principales fueron determinados por Browne en 1910.

Es característica particular de las cañas de semillero cosechadas a máquina su menor contenido de sacarosa y mayor contenido de fibra, en relación con los tallos descogollados a mano, y limpios de hojas, de cañas más suculentas.

Los metabolitos y los nutrientes de las plantas, en general minerales, han sido estudiados en determinadas partes de ellas en relación con la fisiología de la planta. El análisis de determinados tejidos de la planta en estado de crecimiento constituye la base de un sistema de examen y registro periódico que se efectúa para establecer los requisitos de fertilizantes de la caña.

La composición de la planta de la caña en su totalidad, y la de los tallos en condiciones de ser molidos poseen menos interés y valor para la producción de azúcar que la composición del jugo que se extrae mediante la molienda con maceración: este jugo, llamado guarapo es la verdadera materia prima en la fábrica.

2.2.10. El tallo

El tallo ramificado sólido, más o menos circular en sección transversal, está claramente diferenciado en las articulaciones, cada una integrada por un nodo y un entrenudo.

El nodo consta de un botón lateral, situada en la axila de la hoja, una banda que contiene los primordios de raíz, y la de un anillo de crecimiento. Los brotes pueden ser situados en, o justo por encima de la cicatriz de las hojas. Estas pueden ser redondas, pequeñas y adpresas al tallo, o más prominentes, en función de la variedad.

Figura 8. Tallo de la caña de azúcar



Fuente: COLOCHO TRIGUEROS, Salvador Enrique; GUZMÁN ORTEGA, Juan Manuel.
Impacto de las impurezas sobre el coeficiente de solubilidad de la sacarosa y pureza objetivo en el proceso de recobrado de azúcar de caña. p. 5.

2.3. La cera de la caña de azúcar

La caña de azúcar, al igual que otras plantas, sintetiza lípidos; parte de los cuales recubren el tallo en forma de una película cerosa, lo cual constituye un mecanismo de defensa que regula el intercambio con el medio.

2.3.1. Historia

En 1841, Avequin, trabajando en Nueva Orleans, aisló y describió una cera cuticular que se recobraba del depósito blanquecino que existe en la superficie de la caña de azúcar. Se han propuesto varios métodos para la recuperación de esta cera cuticular, pero la primera recuperación comercial se hizo por extracción

con disolventes de una tosca cera de caña de las tortas de los filtros prensa en Natal, Sudáfrica, durante la primera Guerra mundial. La operación fue interrumpida en 1928 por motivos de orden económico y técnico.

Durante la Segunda Guerra Mundial hubo un renacimiento del interés en la cera de la caña de azúcar, y se efectuaron instalaciones comerciales en Cuba y en los Estados Unidos para la extracción y refinación de la cera de caña por medio de disolventes.

2.3.2. Procedencia

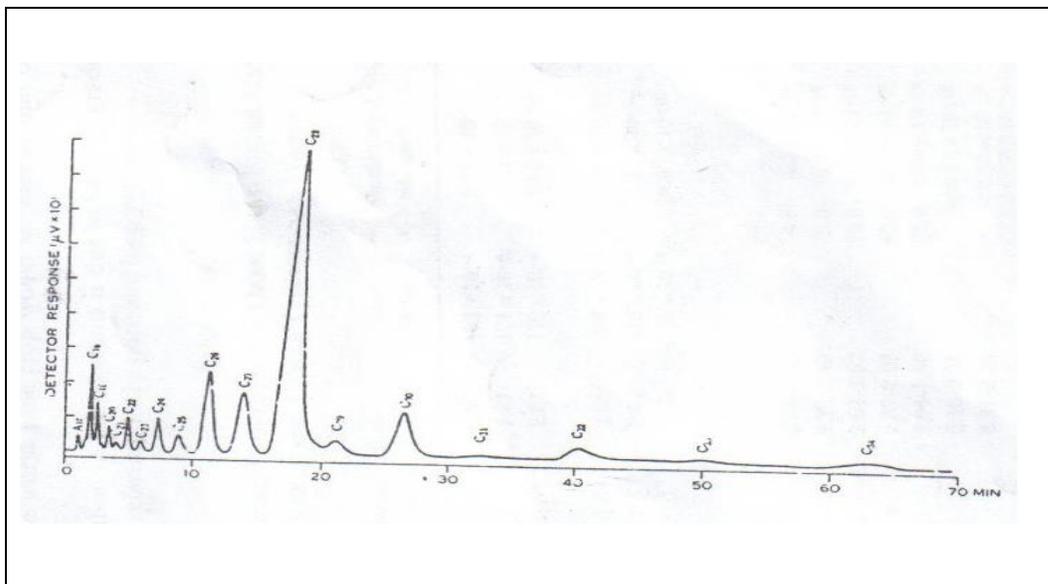
La cera de la caña cruda se extrae de cachaza, un subproducto en la fabricación de azúcar en bruto. Cachaza es un lodo filtrado y prensado separados por sedimentación y filtración del jugo de caña que se obtiene a partir de la caña madura. Se compone de las partículas suspendidas y el precipitado formado por la acción del calor y de tratamiento químico en el coloide, y se elimina en la clarificación de jugo de la caña. El precipitado contiene la cera de caña que originalmente se encontraba en la superficie del tallo de la caña antes de que fuera aplastado.

2.3.3. Preparación

La cachaza se retira del jugo de caña, después de un tratamiento químico y por adición de calor, por la sedimentación y filtración. Cuando la torta filtrada se extrae de los filtros, esta se mezcla con un disolvente que disuelve la cera de caña de azúcar, así como otras sustancias solubles. El solvente se evapora, recupera, y reutiliza. La masa obtenida con aspecto ceroso contiene alrededor del 50 % de cera de caña de azúcar, 30 % de aceites grasos y 20 % materia resinosa.

En un proceso de refinado, la cera de caña de azúcar cruda se dispersa en un disolvente en el cual disuelve fácilmente la fracción de aceite-grasa y deja la cera y la materia resinosa como sólidos suspendidos. Este lodo se filtra para quitarle o removerle la grasa de aceite soluble, la cual se recupera como un semifluido verde pastoso.

Figura 9. **Cromatograma de la cera obtenida de la caña de azúcar**



Fuente: Stransky. *cromatografía en la capa fina*.

La cera de caña de azúcar y el material resinoso de los cuales ya fue removida la cantidad de aceites grasos contenidos, ahora se mezcla con disolvente adicional y se calienta hasta que se derrita la cera de caña. A esta temperatura, la materia resinosa se separa de la cera y se elimina por decantación. La ligera capa que contiene la cera de caña de azúcar se somete a calor, para eliminar todo el disolvente restante, lo que deja la cera de caña de azúcar refinada.

Tabla I. **Composición de la cera de caña de azúcar semirrefinada (teórica) a 67 °C**

Componentes	Porcentaje (%)
Ésteres	78-82
Ácidos no grasos	14
Alcoholes	6-7
Hidrocarburos	3-5
Materia inorgánica	0,5-1

Fuente: elaboración propia.

Tabla II. **Hidrocarburos derivados de la cera de caña**

HYDROCARBONS DERIVED FROM CONSTITUENTS OF SUGAR CANE CUTICLE-WAX (WT. PER CENT.)						
Carbon Number	Natural Hydrocarbons	Alcohols	Alcohols (from saponification)	Acids (from saponification)	Aldehydes (from semi-carbazones)	Aldehydes (from oxidation to acids)
14, 15	5.4			2.9		0.6
16				Trace		
17				1.8		
18				0.2		
19	0.4			1.2		—
20				0.5		
21	0.4	0.6	0.6	1.9	0.1	—
22	0.4			0.6		
23	0.8	0.6	0.2	8.2	5.6	8.1
24	1.1	15.0	13.1	8.0	1.3	2.1
25	7.0	4.6	2.7	50.5	66.5	63.9
26	4.9	72.1	73.0	2.4	1.5	2.7
27	55.7	1.7	1.5	8.1	13.6	10.7
28	2.9	3.5	6.3	1.0	1.0	2.2
29	12.8	0.9	1.0	4.4	5.3	3.9
30	2.2	1.2	1.6	1.4	—	—
31	4.4	—	—	2.5	3.8	3.1
32	—	—	—	—	—	—
33	1.6	—	—	—	—	—
34	—	—	—	—	—	—

Continuación de la tabla II.

CONSTITUENTS OF SUGAR-CANE CUTICLE WAX			
Class	Weight (%)	Class	Weight (%)
Aldehydes	50 (approx.)	Acids	15;* 7-8†
Alcohols	25-27	Hydrocarbons	8-9

* Yield from saponification, includes acids produced in Cannizzaro reaction.
† Calculated from acid and saponification values assuming average chain-length of 28.

Fuente: SOLÍS, Pablo. *Manual de caracterización y análisis de drogas vegetales y productos fitoterapéuticos*. p. 136.

2.3.4. Componentes de la cera de caña de azúcar (teórico)

La cera de la cutícula de la caña de azúcar consiste en una cadena larga de aldehídos, alcoholes, hidrocarburos y ácidos (Lamberton y Redcliffe, 1960); esta ha sido examinada de nuevo por cromatografía de gases para identificar y estimar los componentes individuales.

Los aldehídos, alcoholes y ácidos son principalmente en cada caso el número par de carbonos, con el C₂₈ como miembro predominante; pero también están presentes los carbonos impares homólogos. Los hidrocarburos pueden ser pares e impares de carbono, pero con el número impar de miembros y una mayor cantidad de n-heptacosane como el mayor de hidrocarburos constituyentes.

2.3.5. Propiedades de la caña de azúcar

Las características de la cera de caña de azúcar son similares a las de otras ceras vegetales naturales. La amplia variación de las constantes se debe a diversos grados de pureza, las cifras más altas se refieren a la cera pura y blanqueada.

Tabla III. Propiedades eléctricas de la cera de caña

ELECTRICAL PROPERTIES OF DARK HARD SUGAR CANE WAXES AND OTHER COMMERCIAL WAXES					
Wax	Frequency kc/sec.	Dielectric Constant	Power Factor	A.C. Conductivity ⁻¹ mho-cm ⁻¹	Volume Resistivity ohm-cm
Louisiana	1.0	2.95	103 × 10 ⁻⁴	0.17 × 10 ⁻¹⁰	
Sugar Cane	7.5	2.87	124 × 10 ⁻⁴	1.5 × 10 ⁻¹⁰	
	100.0	2.82	120 × 10 ⁻⁴	19.0 × 10 ⁻¹⁰	6 × 10 ¹⁵
Cuban	1.0	2.65	96 × 10 ⁻⁴	0.14 × 10 ⁻¹⁰	
Sugar Cane	7.5	2.61	119 × 10 ⁻⁴	1.3 × 10 ⁻¹⁰	
	100.0	2.56	131 × 10 ⁻⁴	19.0 × 10 ⁻¹⁰	2 × 10 ¹⁵
		*		*	*
Carnauba No. 2, N.C.	All	2.66-2.83		4.9- 5.3 × 10 ⁻¹²	60-120 × 10 ¹³
Candelilla	samples	2.38-2.49		6.0- 6.4 × 10 ⁻¹²	> 290 × 10 ¹³
Crude Montan	measured	2.62-2.67		29.0- 31.0 × 10 ⁻¹²	> 290 × 10 ¹³
Crude Beeswax	at	2.87-2.88		45.0- 48.0 × 10 ⁻¹²	5- 12 × 10 ¹³
Chinese	1 kc/s	2.94-2.98		125.0-137.0 × 10 ⁻¹²	1- 2 × 10 ¹³
Yellow Ceresin		2.16-2.24		< 0.37 × 10 ⁻¹²	> 290 × 10 ¹³
Refined Paraffin		2.21-2.24		< 0.37 × 10 ⁻¹²	> 290 × 10 ¹³

¹ Kranz, Z. H. et al., *Australian J. Chem.*, **13**, 498-505 (1960).
* Initial values.

Fuente: SOLÍS, Pablo. *Manual de caracterización y análisis de drogas vegetales y productos fitoterapéuticos*. p. 136.

2.3.6. Recuperación y composición

La cera cruda de caña se extrae de la cachaza (lodos del jugo en la clarificación), desecho de la fabricación de azúcar crudo. La cachaza contiene aproximadamente la mitad de la cera que lleva la caña, y el volumen es tal que la concentración de cera alcanza su máximo en esta corriente. Se pueden recuperar unos 900 gramos por tonelada de caña, pero hay grandes diferencias en el rendimiento de cera que se obtiene de diversas variedades de caña y en diferentes áreas cañeras.

Los disolventes que extraen cera de la cachaza obtienen también materias oleosas y resinosas. Los hidrocarburos que se suelen utilizar para la extracción

de cera cruda son los alcoholes o cetonas, los cuales se hierven a baja temperatura, Para la extracción de cachazas húmedas, se utiliza algún disolvente insoluble en agua.

La cera cruda de la caña de azúcar contiene aceites y resinas procedentes de las partes interiores de la caña, además de la cera cuticular. Los aceites constan de triglicéridos, ácidos grasos, esteroides y otras materias solubles en grasa. Las resinas son polímeros de consistencia cerosa que contienen complejos metálicos formados durante la clarificación del guarapo. La cera refinada contiene aproximadamente un 55 % de ésteres cerosos, 8 % de ácidos libres, 10 % de alcoholes, 25 % de cetonas y 2 % de hidrocarburos.

En la refinación se elimina la fracción oleaginosa y queda la cera dura, que contiene las resinas. En algunos tipos comerciales de cera de caña también se eliminan las resinas que se extraen con disolventes.

2.3.7. Extracción de la cera cruda

El problema de la extracción de la cera cruda de caña ha sido atacado en varias formas. El proceso de Sweson es una extracción líquido-líquido de las cachazas a medida que salen de los filtros rotativos o filtros prensas. La cachaza se mezcla con agua y se calienta. Esta mezcla de líquido y sólidos en suspensión se somete a extracción en contracorriente con un disolvente caliente tipo nafta. El extractor consta de una serie de placas perforadas con aberturas alternadamente anulares y centrales; un eje central rotativo dotado de aspas agita cada placa. La nafta asciende en contracorriente a través de las placas perforadas, y la cachaza en suspensión se mueve en cada placa y cae de una a otra por los huecos centrales y anulares, alternadamente.

Después de pasar por el extractor, la cachaza entra en un segundo extractor que contiene vapor ascendente en vez de disolvente. El vapor extrae el disolvente que ha sido arrastrado por la cachaza. La cachaza agotada de cera y disolvente es desechada. El disolvente, al salir del extractor, contiene cera de caña, aceites y una mezcla de cera cruda derretida que se vierte en recipientes donde se solidifica.

Todos los demás procesos comerciales para la recuperación de cera cruda de caña son sistemas en relación sólido-líquido con funcionamiento discontinuo posterior a la eliminación de la mayor parte del agua que contiene la cachaza, mediante secado con aire. Una fábrica de cera trabajó de este modo durante algunos años en Queensland, Australia y más recientemente Merz Pharma patentó un proceso en el cual la cachaza, relativamente seca, se somete primero a la extracción por un disolvente frío que separa la fracción oleosa blanda, y después, con un disolvente caliente se extrae la cera dura. En general la desecación de la cachaza al aire tiene efecto perjudicial sobre la cera extraída.

La cera cruda de caña, tal como se extrae de la cachaza fresca, es un sólido céreo blando de color verde oscuro que posee un olor fuerte y característico. La cera cruda contiene aproximadamente 45 % de cera, 35 % de aceites y 20 % de resinas. El intervalo de puntos de fusión de la cera cruda depende del contenido de aceites, pero generalmente es de 130 - 150 °F (54,4 - 65,6 °C); el índice de acidez es de 15 a 25; el índice de saponificación es de 80 a 110; el índice de yodo es de 50 a 70, y el contenido de cenizas es inferior al 3 %.

2.3.8. Refinado de ceras de caña

La cera cruda de caña tiene poco valor como cera, y necesita ser refinada para que de ella se puedan obtener productos útiles. Entre los disolventes y

mezclas de disolventes propuestos para el fraccionamiento de la cera cruda de caña, la acetona y el isopropanol son muy útiles.

La única refinería industrial de cera cruda de caña que existe está en Gramercy, L. A., y en ella se están fabricando varios productos de la cera de caña. En esta refinería se usa acetona para eliminar de la cera cruda, el aceite y la resina. Primero se lixivia con acetona caliente a presión para disolver la cera y dejar como residuo la resina.

El aceite de caña que se recupera en el proceso de refinación es un líquido verde oscuro que se utiliza como lubricante en la metalurgia y como fuente de esteroides y otras sustancias químicas. La resina de caña que queda en el proceso de refinación es un sólido negro y desmenuzable, termoplástico, y se utiliza en formulaciones impermeabilizantes para la impregnación de maderas, y en el proceso de fabricación de caucho comercial.

2.3.9. Ceras comerciales de la caña de azúcar

Las ceras refinadas de caña se someten a tratamientos químicos a fin de conseguir determinadas propiedades para aplicaciones especiales. Se dispone de tres tipos principales: una cera de color canela claro para pastas de pulimento y otras aplicaciones en las que se desea una cera vegetal dura de color claro; una cera parda oscura, propia para pulimentos a base de emulsiones acuosas y otras aplicaciones, y una cera negra que se recomienda para la fabricación de tintas de papel carbón, porque facilita la dispersión de los pigmentos y endurece la tinta solidificada.

2.4. Oleorresinas

Las oleorresinas son extractos de naturaleza oleosa, obtenidos de especies o diferentes plantas que proporcionan a los productos color o sabor. Presentan múltiples ventajas de manejo, dosificación, estandarización, almacenamiento y control microbiológico contra el producto en polvo. Se obtienen de especies por medio de una extracción con disolventes orgánicos que después se eliminan por destilación; el producto resultante es un líquido que contiene una mezcla de los compuestos volátiles y no volátiles de la materia prima, aun cuando no se extraen todos los responsables del aroma.

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

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

La cantidad de aceite graso presente depende de la materia prima, así como del tipo de solvente utilizado. Los compuestos no volátiles, como los que contribuyen al olor fuerte y picante de la pimienta negra, son igual de importantes que los aceites esenciales volátiles, si lo que se desea es un sabor completo a pimienta negra.

Los compuestos deben estar en la misma proporción en que están en la especie original. Las resinas y los aceites grasos actúan como conectores naturales de los compuestos más volátiles del aceite esencial.

Las oleorresinas están formadas por los siguientes compuestos:

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

2.5. Aceites fijos

Aceite vegetal que se obtiene de ciertas plantas y que, a diferencia de los aceites esenciales, son grasos, densos y no volátiles.

2.6. Lípidos

Los lípidos incluyen grasas, aceites, ceras y compuestos relacionados.

2.6.1. Definición

Los lípidos son un grupo heterogéneo de compuestos emparentados real o potencialmente, con los ácidos grasos. Poseen la propiedad común de ser

relativamente insolubles en agua y solubles en solventes no polares como el éter, cloroformo y el benceno.

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

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

El contenido de lípidos en el tejido nervioso es particularmente alto. Los lípidos y proteínas combinados (lipoproteínas) son constituyentes celulares importantes que se encuentran en la membrana celular y en las mitocondrias. y sirven también como medios para transportar lípidos en la sangre. El conocimiento de la bioquímica de los lípidos es importante para la comprensión de muchas áreas biomédicas de interés, por ejemplo, obesidad, arteriosclerosis y la función de varios ácidos grasos poliinsaturados en la nutrición y la salud.

2.6.2. Propiedades

Las propiedades pueden ser físicas y químicas.

2.6.2.1. Físicas

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

2.6.2.2. Químicas

- Reacción de esterificación: el grupo ácido de los ácidos grasos va a reaccionar con los alcoholes para formar ésteres y agua.
- Reacciones de saponificación: como se ha dicho anteriormente, con bases fuertes como la sosa (NaOH) o la potasa (KOH), se obtienen las correspondientes sales sódicas o potásicas del ácido graso que reciben el nombre de jabones.

2.6.3. Funciones

La función principal de los lípidos es proteger a las células de cualquier ataque.

2.6.3.1. Funciones en los seres vivos

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

2.6.3.1.1. Estructural

Son componentes fundamentales de las membranas celulares.

2.6.3.1.2. Energética

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

2.6.3.1.3. Protectora

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

2.6.3.1.4. Transportadora

Sirven de transportadores de sustancias en los medios orgánicos.

2.6.3.1.5. Reguladora de la temperatura

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

2.6.3.1.6. Reguladora de metabolismo

Contribuyen al normal funcionamiento del organismo. Desempeñan esta función las vitaminas (A, D, K, E). Las hormonas sexuales y las de la corteza suprarrenal también son lípidos.

2.6.4. Ácidos grasos (lípidos saponificables)

Como ya se ha mencionado, los ácidos grasos son ácidos carboxílicos de cadena larga, que se hallan normalmente formando parte de otros lípidos, casi siempre por medio de enlaces éster, y rara vez amida. Según la naturaleza de la cadena carbonada, los ácidos grasos pueden ser: saturados, insaturados, lineales, ramificados y alicíclicos.

Los más abundantes son, con gran diferencia, los ácidos grasos lineales con número par de átomos de carbono, generalmente superior a 12 e inferior a 24. Así, por ejemplo, el ácido palmítico, lineal, saturado, de 16 átomos de carbono, es quizá el más universalmente extendido, junto con su homólogo de 18 carbonos, el ácido esteárico. También son frecuentes las cadenas insaturadas con enlaces dobles en cis, como el oleico, 9-octadecenoico, o el linoleico, 9,12-octadecadienoico. Algunos lípidos integrantes de membranas poseen ácidos grasos muy insaturados como el araquidónico y el 5, 8, 11, 14-eicosatetraenoico.

Una nomenclatura abreviada, muy útil para designar ácidos grasos es la que emplea una C mayúscula seguida de números, separados por puntos, que indican respectivamente el número de carbonos y el de dobles enlaces. La posición de los dobles enlaces se indica como superíndices del segundo número. Así, por ejemplo, el mencionado araquidónico sería C20:4^{5,8,11,14}.

Muchos procesos fisiológicos dependen del grado de fluidez de los lípidos de las membranas. Esta fluidez, a su vez, está vinculada al punto de fusión de los ácidos grasos integrantes. En efecto, los ácidos grasos saturados, en estado sólido, adoptan la conformación alternada todo-anti, que da un máximo de simetría al cristal, por lo que los puntos de fusión son elevados (C18:0; 72°).

La simetría no es tan perfecta en los ácidos de número impar, y los puntos de fusión son algo más bajos, así (C17:0; 62° y 19:0; 69°). Los dobles enlaces en trans distorsionan poco la simetría cristalina, mientras que los dobles enlaces en cis producen alteraciones importantes; lo que se refleja en los puntos de fusión citados en la tabla II.

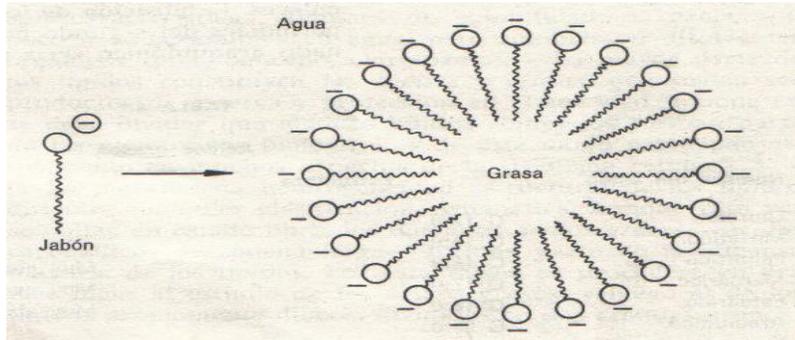
Por último, se menciona la asimetría originada por los sustituyentes laterales, como se deduce del bajo punto de fusión del ácido tuberculosteárico

(11°). Los ácidos carboxílicos presentan solubilidad decreciente en agua al aumentar la longitud de la cadena carbonada, de manera que a partir de C 12:0 son prácticamente insolubles.

El pH de los ácidos grasos se sitúa en torno a 4,8. Por ello, en medio alcalino, la disociación es completa. Las sales de los ácidos grasos se llaman jabones, y debido a la polaridad del anión carboxilato tienen un fuerte carácter anfipático, y son muy miscibles con el agua, especialmente los jabones de metales alcalinos. En general, los jabones adoptan en medio acuoso estructuras micelares en equilibrio, con formas libres. Las grandes micelas esféricas pueden incluir en su interior grasas neutras, por lo que los jabones tienen poder detergente.

Los ácidos grasos insaturados manifiestan las propiedades inherentes al doble enlace. Por ejemplo, la adición de hidrógeno permite el endurecimiento de las grasas, es decir, la conversión de aceites en margaritas. También es susceptible el doble enlace de autoxidación por el oxígeno del aire. Es una reacción espontánea en la que se producen radicales peróxido que se descomponen, dando ruptura de la cadena carbonada y formación de aldehídos. Este es el origen del enranciamiento de las grasas. La determinación analítica de los ácidos grasos se lleva a cabo por cromatografía en fase gaseosa, previa formación de sus ésteres metílicos, más volátiles y más inertes que los ácidos libres.

Figura 10. **Miscibilidad de anión carboxilato con el agua para formar un jabón con poder detergente**



Fuente: CUTZ, Luis. *Determinación de la pérdida de azúcar por exceso de lavado en una centrífuga semiautomática 1,22 m x 0,76 m Ingenio Trinidad.* p. 52.

Tabla IV. **Principales ácidos grasos**

Los principales ácidos grasos			
Nombre trivial	Átomos de carbono	Dobles enlaces	Punto de fusión
Saturados			
Láurico	12	-	44,2
Mirístico	14	-	54,0
Palmático	16	-	63,0
Esteárico	18	-	69,6
Araquídico	20	-	76,5
Lignocérico	24	-	86,0
Insaturados			
Palmitoléico	16	1	-0,5
Oleico	18	1	13,4
Linoeico	18	2	-3,0
Linoiénico	18	3	-11,0
Araquidónico	20	4	-49,5

Fuente: CUTZ, Luis. *Determinación de la pérdida de azúcar por exceso de lavado en una centrífuga semiautomática 1,22 m x 0,76 m en Ingenio Trinidad.* p. 54.

2.6.5. Lípidos relacionados con ácidos grasos

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

2.6.5.1. Alcoholes superiores y ceras

Por reducción de los ácidos grasos se obtienen alcoholes monohidroxílicos de cadena larga. Así, del ácido palmítico se obtiene el hexadecanol (para los alcoholes y aldehídos grasos se adopta preferentemente la nomenclatura sistemática sobre la que hacía referencia al ácido graso de origen: hexadecanol en lugar de alcohol palmitílico o cetílico).

Los alcoholes superiores se encuentran en la naturaleza formando éteres con glicerol o ésteres con ácidos grasos. Estos ésteres se llaman ceras, y dan su carácter hidrofóbico a tegumentos de animales y plantas. Algunas otras ceras de interés biológico serán tratadas en relación con los lípidos esteroideos.

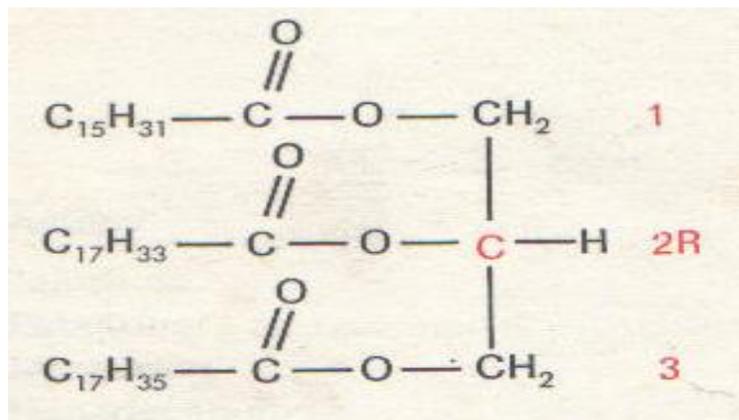
2.6.5.2. Glicéridos simples

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

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

La nomenclatura de los glicéricos requiere numerar los carbonos del glicerol. En C2 no hay ambigüedad, pero sí en C1 y C3. En efecto, estos carbonos aparecen como equivalentes. Pero basta que exista un sustituyente en uno de ellos, o dos sustituyentes no idénticos, para que desaparezca el plano de simetría y, en consecuencia, se dé la posibilidad de que existan isómeros enantiomorfos. Se ha convenido representar el carbono 2 del glicerol, según la convención de Fischer, con el hidroxilo hacia la izquierda. El carbono superior recibe el número 1, y el inferior el 3. Así se pueden nombrar, por ejemplo, los glicéridos simples, asignando un número inequívoco a cada sustituyente del glicerol, como es el caso del 1-palmitil-2-oleil-3estearilglicerol.

Figura 11. **Ejemplo de un R-triacilglicerol**



Fuente: CUTZ, Luis. *Determinación de la pérdida de azúcar por exceso de lavado en una centrifuga semiautomática 1,22 m x 0,76 m en Ingenio Trinidad.* p. 53.

En determinadas fuentes naturales se hallan glicéridos integrados por aldehídos o alcoholes grasos: los aldehídos, en forma enólica, se unen por enlaces alk-1-enil éter, y los alcoholes, por enlaces éter. Es fácil distinguir los tres tipos de enlace por su distinta susceptibilidad a la hidrólisis, Así, los enlaces éster de los ácidos grasos con el glicerol son muy sensibles a la hidrólisis alcalina; los enlaces alkenil éter resisten la hidrólisis alcalina, pero se hidrolizan fácilmente en medio ácido; por último, los enlaces éter no son susceptibles de hidrólisis.

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

2.6.5.3. Fosfoglicéridos

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

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

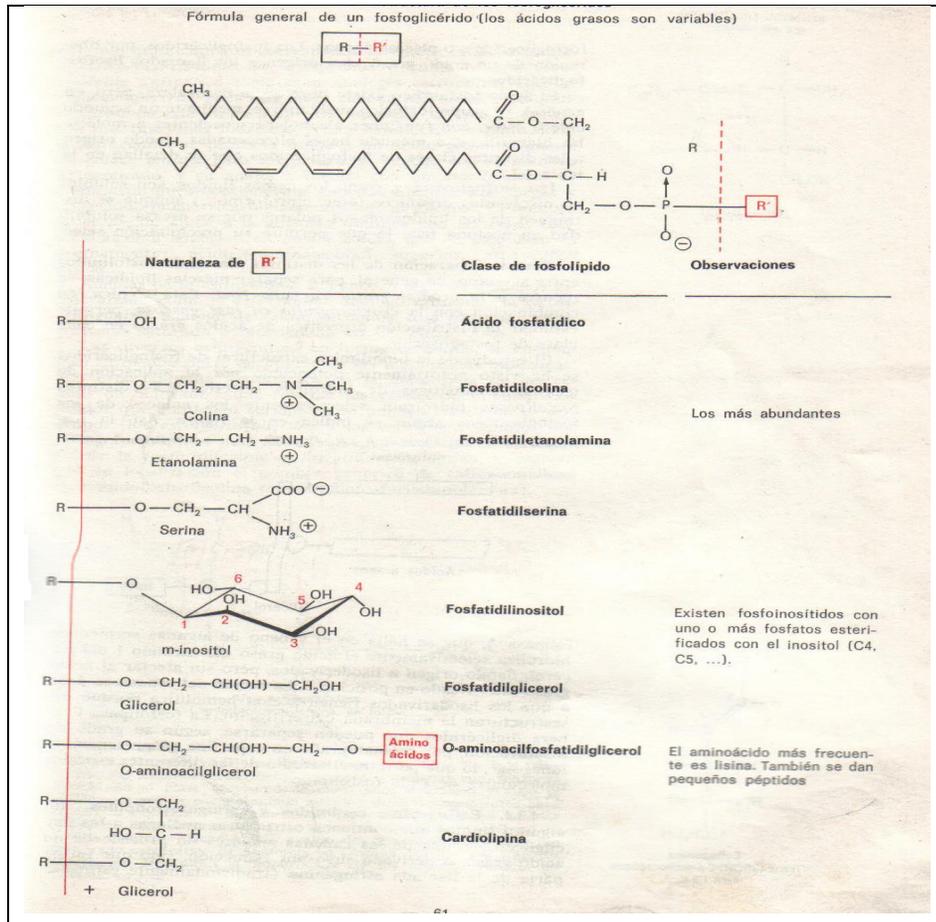
Ocasionalmente el radical acilo en posición 1 de un fosfoglicérido está sustituido por un radical alkilo o alk-1-enilo, con lo que se originan, respectivamente, los monoalkilmonoacilfosfoglicéridos y monoalkenilmonoacilfosfoglicéridos, o plasmalógenos. Los fosfoglicéricos, por liberación de un ácido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

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

Los fosfoglicéridos, como los demás lípidos, son solubles en disolventes orgánicos (éter, cloroformo, entre otros) aunque se distinguen de los lípidos menos polares por su escasa solubilidad en acetona fría, lo que permite su precipitación selectiva.

Para la separación de las distintas clases de fosfolípidos entre sí, como, en general, para separar mezclas lipídicas, se recurre a la cromatografía en fase gaseosa, la cual permite estudiar la distribución específica de ácidos grasos en cada clase de fosfoglicérido.

Figura 12. Estructura de los fosfoglicéridos



Fuente: CUTZ, Luis. *Determinación de la pérdida de azúcar por exceso de lavado en una centrifuga semiautomática 1,22 m x 0,76 m en Ingenio Trinidad.* p. 53.

2.6.5.4. Fosfoesfingolípidos

Los fosfoesfingolípidos son esfingolípidos con un grupo fosfato; tienen una arquitectura molecular y propiedades similares a los fosfoglicéridos. No obstante, no contienen glicerol, sino esfingosina, un aminoalcohol de cadena larga al que se une un ácido graso, conjunto conocido con el nombre de ceramida; a dicho

conjunto se le une un grupo fosfato y a este un aminoalcohol; el más abundante es la esfingomielina, en la que el ácido graso es el ácido lignocérico y el aminoalcohol la colina; es el componente principal de la vaina de mielina que recubre los axones de las neuronas.

2.6.5.5. Esfingenina, cerámidos y esfingofosfolípidos

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

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

El nombre de cerámido alude a la analogía química con las ceras (ácido+alcohol superior, en enlace éster), que en este caso es propiamente: ácido+aminoalcohol superior, en enlace amida.

Además de la esfingenina, se conocen algunos análogos estructurales, como la esfinganina, análogo saturado; la eicosiesfingenina, análogo de veinte

carbonos, o la fitoesfinganina, derivado saturado e hidroxilado en C4, entre otros. Las diversas esfingeninas en forma cerámico se encuentran formando parte de lípidos de las membranas biológicas. Son especialmente abundantes en la membrana de las células Schwann que forman las vainas de mielina. Los lípidos que contienen cerámidos se pueden clasificar en dos grupos:

- Esfingofosfolípidos
- Esfingoglicolípidos

Los esfingofosfolípidos más abundantes son análogos estructurales de la fosfatidilcolina y fosfatidiletanolamina, y reciben por su localización el nombre genérico de esfingomielinas (ceramidofosforilcolina o ceramidofosforiletanolamina). Los esfingofosfolípidos tienen propiedades físicas y químicas muy similares a los fosfoglicéridos correspondientes. Los esfingoglicolípidos merecen capítulo aparte por su complejidad estructural.

2.6.5.6. Esfingoglicolípidos

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

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

En el cerebro se encuentran a veces cerebrósidos esterificados con ácido sulfúrico en la posición 3 de la hexosa, dando origen a los sulfátidos o sulfolípidos. Los gangliósidos son esfingoglicolípidos que contienen ácidos siálicos en su molécula. Los gangliósidos son moléculas heterogéneas y complejas. A menudo la fracción glicídica se presenta ramificada; las estructuras varían según la fuente de lípidos.

2.6.5.7. Prostaglandinas

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

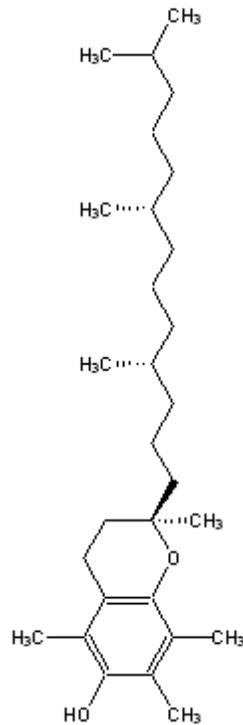
Las prostaglandinas se encuentran en cantidades catalíticas en numerosos tejidos animales, donde son sintetizadas a partir de ácidos grasos poliinsaturados, que, a su vez, provienen obligatoriamente de la dieta. Su papel fisiológico parece relacionado con la acción hormonal.

2.6.6. Lípidos no relacionados con ácidos grasos (no saponificables)

Se trata de un grupo heterogéneo de biomoléculas que se encuentran en mayor o menor cantidad en todos los seres vivos, y a veces poseen gran actividad biológica como es el caso de las hormonas esteroideas.

Son lípidos en general poco polares, en lo que se asemejan a los triacilgliceroles, y, como ellos, no precipitan con la acetona fría. Unos se pueden considerar derivados por condensación del isopreno (lípidos isoprenoides).

Figura 14. **α -tocoferol (vitamina E)**



Fuente: RAIMBAULT, Maurice. *Impacto de la microbiología en la fabricación del azúcar*. p. 194.

2.6.6.2. Carotenoides

Son derivados octaprenoides que constituyen multitud de pigmentos vegetales, como los de la zanahoria (β -caroteno) o el tomate (cantaxantina). El β -caroteno es un precursor de la vitamina A. En los animales, los carotenoides se almacenan en el panículo adiposo, con lo que la piel queda coloreada. Por ello, la cantaxantina se utiliza como cosmético, bronceador, de administración oral. La luteína (3,3'-dihidroxi- α -caroteno) da su color amarillo característico al cuerpo lúteo del ovario, y se encuentra también en muchas fuentes de origen vegetal.

2.6.6.3. Esteroides

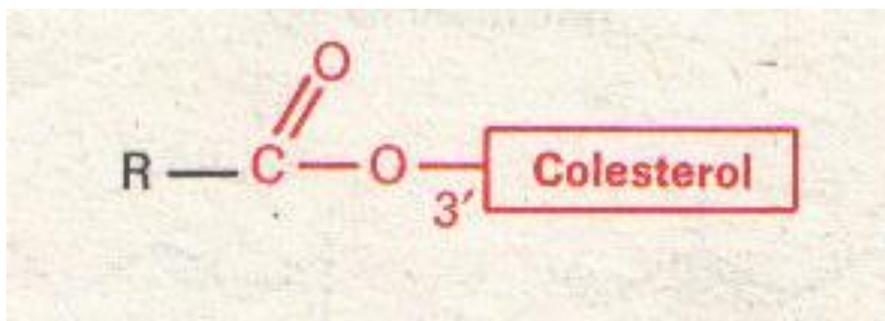
Son lípidos isoprenoides relacionados estructuralmente con el anillo ciclopentanoperhidrofenantreno, llamado también esterado. Los esteroides contienen esta estructura fundamental en diversos grados de dehidrogenación, y con diversas cadenas laterales y grupos funcionales sustituyentes (hidroxilo, oxo y carboxilo). La existencia de cuatro anillos condensados determina múltiples posibilidades de isomería cis-trans, como se detalló en el caso más sencillo de la decalina. La actividad biológica de estos compuestos está muy vinculada a su estructura espacial específica.

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

2.6.6.4. Esteroides

Son los esteroides más abundantes. Estructuralmente se derivan del colestano. Se caracterizan por poseer al menos un grupo hidroxilo, situado en C3 y un mínimo de 27 carbonos. Los más importantes son el colesterol en el reino animal, y el ergosterol en el vegetal. Los esteroides se hallan en las membranas biológicas, modificando su fluidez de modo considerable. También se hallan en los lípidos de reserva, frecuentemente esterificados a ácidos grasos (ceras esteroideas).

Figura 15. Cera esteroidea



Fuente: RAIMBAULT, Maurice. *Impacto de la microbiología en la fabricación del azúcar*. p. 195.

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

En el colestanol todos los anillos están condensados en trans, es decir, que la línea que une los carbonos 5-10-9-8-14-13 deja los sustituyentes libres alternativamente en los subespacios α y β. En el coprostanol, los anillos A y B están condensados en cis, es decir que los sustituyentes 5 y 10 están ambos en el subespacio β. Para evitar ambigüedades, las valencias en β se dibujan con trazo continuo, y las valencias en α, con línea de puntos. Puede observarse que en el colesterol, como en casi todos los esteroides, el hidroxilo en C-3 presenta configuración β. El doble enlace 5-6 distorsiona la conformación silla del anillo B.

2.6.6.5. Ácidos y sales biliares

Los ácidos biliares son esteroides cuya estructura básica es el hidrocarburo colano, de 24 átomos de carbono, con los anillos A y B en posición cis. El ácido biliar más importante es el cólico (3 α , 7 α , 12 α -trihidroxicolánico). También se conoce el ácido desoxicólico (3 α , 12 α -dihidroxicolánico), litocólico (3 α , hidroxicolánico), entre otros. Aunque parezca paradójico, las sales biliares no son las sales de los ácidos biliares. Los ácidos biliares, por conjugación con los aminoácidos glicina o taurina, forman los correspondientes ácidos glicocólicos y taurocólicos.

Las sales (sódicas, potásicas, entre otras) de estos ácidos glicocólicos y taurocólicos son las llamadas sales biliares. La especial configuración cis de los anillos A-B divide a la molécula en dos partes, una superior hidrofóbica y otra inferior hidrofílica. Esta estructura anfipática confiere a las moléculas de las sales biliares su típico carácter detergente, es decir, su capacidad de emulsionar grasas.

2.6.6.6. Hormonas esteroideas

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

Funcionalmente, se suelen distinguir cuatro familias de hormonas esteroideas: dos derivadas del pregnano, de 21 átomos de carbono (gestágenos y corticoides); una derivada del androstano, de 19 átomos de carbono (andrógenos), y otra del estrano, de 18 carbonos (estrógenos).

Los gestágenos son hormonas femeninas implicadas en el ciclo menstrual, que adquieren particular importancia durante el embarazo; el más característico es la progesterona (4-pregnen-3,20-diona). Los corticoides, segregados por la corteza suprarrenal, son un grupo heterogéneo de hormonas, cuya acción preferente tiene lugar, según su estructura, sobre el metabolismo hidrosalino o sobre el de los glúcidos. Se diferencia de los gestágenos por poseer un hidroxilo en C-21.

El cortisol (11 β , 17 α , 21-trihidroxi-4-pregnen-3,20-diona) es un ejemplo de corticoide con acción preferente sobre el metabolismo glicídico. Los andrógenos son las hormonas virilizantes; como ejemplo significativo en la especie humana se puede citar la testosterona (17 β -hidroxi-4-androsten-3-ona). Finalmente, los estrógenos son hormonas femeninas, implicadas sobre todo en la primera fase del ciclo menstrual; un estrógeno típico es el estradiol (13,5-estratrien-3,17 β -diol).

2.6.6.7. Hidrocarburos

Algunos hidrocarburos de cadena lineal o ramificada suelen estar presentes, formando mezclas complejas, en vegetales y levaduras; en estas últimas, en proporción de hasta el 10 % de su peso seco. Por ejemplo, con fórmula molecular C₂₄H₅₀, se han aislado tres hidrocarburos saturados: tetracosano, 2-metiltricosano y 3-metiltricosano. El papel fisiológico de los hidrocarburos no es conocido, aunque probablemente constituyen sustancias de reserva.

2.6.6.8. Lípidos pirrólicos

Los compuestos pirrólicos se estudian clásicamente como integrantes de proteínas conjugadas, formando grupos prostéticos de hemoglobinas,

citocromos, catalasa, entre otros, aunque por su naturaleza química y características de solubilidad pueden incluirse en el grupo de los lípidos. Se distinguen compuestos mono y dipirrólicos, que apenas se encuentran libres, porque son metabolitos intermedios, y compuestos tetrapirrólicos, de cadena abierta y de cadena cerrada.

El grupo más importante de compuestos tetrapirrólicos de cadena cerrada lo constituyen las porfirinas. El anillo tetrapirrólico fundamental, porfina, es una estructura plana, que contiene numerosos dobles enlaces conjugados, lo que determina su característico espectro de absorción.

Las porfirinas son porfinas sustituidas, fundamentalmente en 8 posiciones, dos en cada pirrol. Las porfirinas de mayor interés biológico son las uroporfirinas, coproporfirinas y, sobre todo, las protoporfirinas.

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

Las porfirinas, por su carácter lipídico, se extraen de los tejidos por tratamiento con disolventes orgánicos, sobre todo cloroformo, piridina y acetato de etilo. Los nitrógenos pirrólicos tienen cierto carácter básico, enmascarado por su entorno apolar, y a valores bajos de pH pueden adicionar dos protones que solubilizan el compuesto. La polaridad de las cadenas laterales modifica la solubilidad de las porfirinas, como es el caso de las uroporfirinas, en que la presencia de 8 grupos carboxilo las hace hidrosolubles.

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

2.7. Marcha fitoquímica

Análisis con el cual es posible la identificación y determinación de estructuras presentes de los principales metabolitos secundarios como alcaloides, flavonoides, esteroides, resinas y los anteriormente mencionados de la familia de los lípidos.

2.8. Procesos de extracción sólido-líquido

La expresión extracción sólido-líquido se aplica solamente a las operaciones en que existe una fase sólida, y comprende, por tanto, a las designadas frecuentemente con los términos de lixiviación, percolación, lavado y agotamiento. La extracción siempre tiene lugar en dos etapas:

- Contacto del disolvente con el sólido a tratar, que cede el constituyente soluble (solute) al disolvente.
- Lavado o separación de la disolución del resto del sólido.

2.8.1. Escala de extracción sólido-líquido

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

- A nivel laboratorio
- A nivel planta piloto
- En planta industrial

2.8.2. Transferencia de masa en extracción sólido-líquido

La extracción sólido-líquido o lixiviación es un proceso de separación afectado por un fluido envuelto en la transferencia de solutos desde una matriz de sólido a un solvente dado. Es una técnica extensamente utilizada como operación unitaria para recuperar muchos componentes minerales, de alimentos o de plantas. Además puede ser también utilizada para la exitosa eliminación de contaminantes o toxinas en algunos materiales.

La expresión sólido-líquido tiende a ser inapropiada debido a que da la impresión que la transferencia de masa ocurre en la interfase de un sólido seco y una fase líquida; y, en casi todas las extracciones la difusión dentro del sólido realizada por la fase líquida es el mecanismo predominante de transferencia de masa. Desde un punto de vista de ingeniería química, el soluto en la lixiviación es usualmente referido como extracto y los solventes comunes más utilizados son, agua, hexano, acetato de etilo, etanol, metanol o mezclas etanol/agua.

Estos son utilizados debido a que en las plantas, las especies químicas que van a recuperarse están mal definidas como ocurre en la extracción fitoquímica en las plantas. Durante la extracción, la concentración de soluto dentro del sólido varía de un estado no estacionario a una condición inestable.

Ocurren varios pasos durante el período de la interacción entre el soluto que contiene el extracto soluble y el solvente efectivo de separación, estos son:

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

2.8.3. Proceso de lixiviación

Lixiviación es una operación para separar los constituyentes solubles de un sólido inerte con un solvente. La separación implica normalmente la disolución selectiva, con difusión o sin ella; pero en el caso extremo del lavado simple consiste solo en el desplazamiento (con alguna mezcla) de un líquido intersticial por otro, con el que es miscible. El constituyente soluble puede ser sólido o líquido y estar incorporado, combinado químicamente o adsorbido, o bien mantenido mecánicamente, en la estructura porosa del material insoluble.

El sólido insoluble puede ser másico y poroso; con mayor frecuencia está constituido por partículas; estas pueden ser de poros abiertos, de celdas, con paredes celulares selectivamente permeables o con superficies activadas. Es habitual el excluir del estudio de la lixiviación la elución de solutos adsorbidos superficialmente. Este proceso será tratado, en lugar de ello, como un caso especial de la operación inversa, la adsorción. Asimismo, se excluye el lavado de tortas de filtros, ya sea *in situ* o mediante la formación de una nueva suspensión y la refiltración.

La corriente de sólidos lixiviados y el líquido que le acompaña se denominan lodos; en hidrometalurgia también se conoce como pulpa. El contenido en sólidos de las corrientes es denominado, en algunas ocasiones, como marca (en particular en los procesos de separación de aceites). La corriente de líquido contenido en la solución lixiviada es el clarificado. Cuando abandona el proceso de lixiviación, tiene otros nombres opcionales: extracto, solución, lixiviación o miscelado.

2.8.3.1. Mecanismo de lixiviación

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

Las corrientes de lodo y clarificado no son fases inmiscibles, sino corrientes basadas en el mismo disolvente; el concepto de equilibrio en lixiviación no es el mismo que el que se aplica en otras separaciones de transferencia de materia. Si el soluto no se adsorbe en el sólido inerte no existe equilibrio.

Solo se logra el equilibrio verdadero cuando todo el soluto se disuelve y se distribuye de forma uniforme en todo el disolvente, tanto en la corriente de lodos como en la de clarificación (o cuando el disolvente se satura uniformemente con el soluto; situación que nunca se presenta en un equipo de extracción diseñado de forma adecuada).

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

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

2.8.3.2. Métodos de operación

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

Sea cual fuere el mecanismo y método de operación, resulta evidente que el proceso de la lixiviación estará favorecido por el aumento de la superficie por

unidad de volumen de sólidos que se deben lixiviar y por la disminución de las distancias, en sentido radial, que se deben atravesar al interior de los sólidos; la disminución del tamaño de las partículas contribuye a ambas cosas. Por otra parte, los sólidos finos provocan una velocidad lenta de percolación, dificultan la separación de sólidos y producen un sólido de mala calidad. Estas características establecen las bases para un tamaño óptimo de partículas.

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

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

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

2.8.4. Naturaleza del material

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

2.8.4.1. Sustancias biológicas

En la industria de procesos biológicos y alimenticios, muchos productos se separan de sus estructuras originales mediante lixiviación. Por ejemplo el azúcar

se separa por lixiviación de la remolacha con agua caliente; los aceites vegetales se recuperan a partir de semillas como las de soya, ricino, girasol y algodón, mediante lixiviación con disolventes orgánicos; en el caso de los materiales vegetales, los compuestos asociados a azúcares (agliconas) serán extraídos en cantidades considerables conjuntamente con el compuesto deseado.

2.8.4.2. Materiales inorgánicos y orgánicos

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

2.8.4.3. Preparación del sólido

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

La preparación del sólido depende en alto grado de la proporción del constituyente soluble presente, de su distribución en el material sólido original y de la naturaleza del sólido, que puede estar constituido por células vegetales; también puede ocurrir que el material soluble esté totalmente rodeado por una matriz de materia insoluble y del tamaño de partícula original.

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

En muchos casos, la trituración y molienda de estos sólidos acelerará bastante la acción de lixiviación, porque las porciones solubles son entonces más accesibles al disolvente, aumentando así la velocidad de lixiviación, pero cuando la sustancia soluble está distribuida más o menos uniformemente en todo el sólido, aun en solución del sólido, la acción de lixiviación puede proporcionar canales para el paso del disolvente fresco, por lo cual se puede prescindir de una molienda muy fina. La molienda de las partículas es innecesaria cuando el material soluble está disuelto en una solución adherida al sólido. Entonces se puede emplear un simple lavado similar al de precipitados químicos.

2.8.5. Velocidad de lixiviación

En la lixiviación de materiales solubles del interior de una partícula por acción de un disolvente, el proceso general consiste en los siguientes pasos: el disolvente se transfiere del volumen de solución a la superficie del sólido. Después, dicho disolvente penetra o se difunde en el sólido. El soluto se disuelve en el disolvente, y se difunde a través de la mezcla de sólido y disolvente hasta la superficie de la partícula. Finalmente, el soluto se transfiere a la solución general. Los numerosos fenómenos que se presentan en este proceso hacen poco práctico y casi imposible aplicar una teoría definida a la acción de lixiviación.

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

El conocimiento del proceso de disolución es bastante limitado y el mecanismo puede ser diferente en cada caso. La velocidad de difusión del soluto a través del sólido, y la del disolvente hasta la superficie del sólido suelen ser la resistencia que controla el proceso global de lixiviación y dependen de diversos factores. Si el sólido está constituido por una estructura inerte porosa, con el soluto y el disolvente localizados en los poros del sólido, la difusión a través del sólido poroso se puede describir como una difusividad efectiva.

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

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

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

2.8.6. Métodos de extracción

Antes de empezar un proceso extractivo en una escala piloto o industrial, se debe definir la selectividad del solvente que va a ser utilizado en el proceso. Dependiendo del propósito al que se destine, se puede obtener un extracto cuya composición corresponda a los químicos de la planta, o un extracto que contenga solamente constituyentes químicos con una determinada característica. En el primer caso, normalmente se usa un solvente de naturaleza general, de alta polaridad, como el alcohol etílico o el metanol.

En el segundo caso se emplea un solvente selectivo, de menor polaridad, como el hexano o acetato de etilo, que solo extrae de la planta las grasas vegetales y otros componentes apolares.

La selección del solvente de extracción, así como la permanencia en la composición química de la materia vegetal, representan dos aspectos de suma importancia en cualquier proceso de fabricación, bien sea de productos fitoterapéuticos o de sustancias naturales aisladas.

La materia prima vegetal en la industria de fitofármacos está representada, en la mayoría de las ocasiones, por la materia prima seca. De esta manera, cuando la materia prima se pone en contacto con el solvente se inicia una etapa opuesta al proceso de secado que tiende a reconstituir el estado original de la célula. Inicialmente el solvente penetra en la célula vegetal y expulsa el aire contenido en el citoplasma, dándose inicio de esta forma el proceso extractivo.

La penetración del solvente en la célula induce un momento bipolar en las moléculas de los compuestos que van a ser extraídos. Es de esta manera como las sustancias extraíbles se adhieren a las moléculas del solvente.

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

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

2.8.7. Variables del proceso extractivo

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

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

$$\epsilon_{del\ sistema} = \frac{\epsilon_{Ax\%A} + \epsilon_{Bx\%B} + \dots + \epsilon_{mx\%n}}{100} \quad (Ec. 1)$$

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

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

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

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

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

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

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

2.8.8. Características de las partículas

Debe considerarse el tamaño de partícula adecuado. La reducción de partículas tiene gran importancia, porque aumenta el área de contacto, disminuye el tiempo necesario para la extracción, sobre todo para sólidos de baja porosidad. Por otro lado, al maximizar el contacto de área por unidad de volumen se reduce el tamaño del equipo. Sin embargo, al romper completamente la estructura se puede perder la selectividad y obtener muchos productos indeseables, por lo que es necesario evaluar el tamaño óptimo de partícula.

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

Entre algunas consideraciones se encuentran las siguientes; el molido fino es más costoso, pero proporciona una lixiviación más completa y más rápida. Tiene la desventaja de que, siendo el peso del líquido asociado con el sólido sedimentado tan grande como el peso del sólido, más se utilizará una cantidad considerable de disolvente para eliminar del sólido lixiviado del soluto y la solución resultante estará diluida.

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

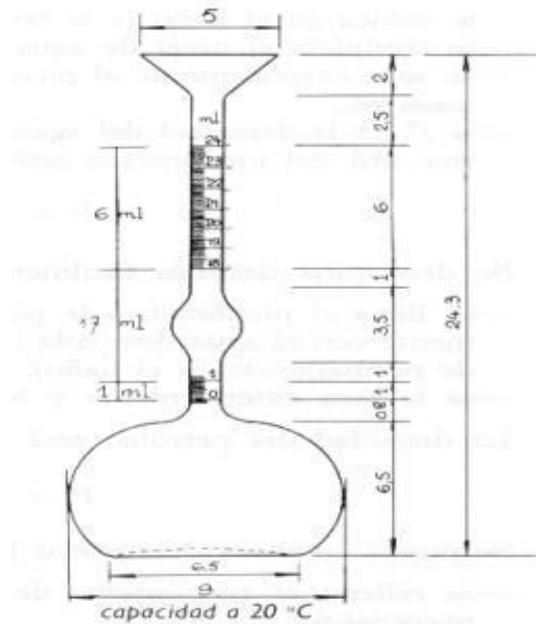
En el caso de sólidos más fibrosos, se ha demostrado que la lixiviación es por lo general más eficiente en un tanque bien agitado que por percolación; probablemente debido a que la gran cantidad de retención estática del líquido hace imposible la obtención de cantidades importantes del soluto. Asimismo, debe estudiarse la geometría de la partícula, pudiendo ser esta irregular o regular. Si es regular pueden encontrarse las siguientes formas: cúbica, hexagonal, esférica o cilíndrica.

Otra característica importante es la porosidad, ya que esta propiedad permite que el líquido penetre a través de los canales formados por los poros dentro del sólido, aumentando así el área activa para la extracción. Sin embargo, pueden existir sólidos no porosos o con poros cerrados, que causarán mayor dificultad en el momento de extracción. Finalmente, debe determinarse la densidad de la partícula observando la existencia o no de un cambio en la misma al cambiar el tamaño de la partícula, lo cual puede dar una idea de su porosidad. Esto puede llevarse a cabo con el uso de un matraz de Le Chatelier, de la siguiente manera:

- Agregar un volumen definido de un solvente que no lixivie ni reaccione con la partícula sólida, en la mayor medida posible.
- Dar una lectura del volumen inicial que se obtiene.
- Pesar una cantidad definida del sólido con un tamaño de partícula establecido.

- Esperar un tiempo prudente para que escapen todas las burbujas de aire provenientes de las porosidades.
- Dar una lectura del volumen final, el cual se ha desplazado debido a la presencia del sólido.
- Determinar la densidad conociendo la masa del sólido añadido y el cambio de volumen obtenido.

Figura 16. **Matraz de Le Chatelier**



Fuente: CHEN, James. *Manual del azúcar de caña*. p. 1013.

2.8.8.1. **Granulometría**

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

La preponderancia de aplicaciones usadas en esta técnica puede ser atribuida a su relativa simplicidad, muy pequeña inversión, alto desempeño y porque no se necesita mucha experiencia; esta técnica puede ser utilizada en un rango bastante grande, desde 100 mm hasta 20 μm .

Una prueba de tamices es un aparato diseñado para medir las partículas retenidas más grandes que un tamaño designado, mientras permite que pasen a través del aparato partículas más pequeñas.

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

El método consiste en agitar una muestra a través de una pila de tamices con decreciente tamaño de partículas. El tamiz con la más grande apertura es colocado hasta arriba y el de la más pequeña, hasta el fondo.

La distribución del tamaño es reportada como la masa retenida en un tamiz dado, pero puede también ser reportada como la masa acumulada retenida en todos los tamices o como la fracción de masa acumulativa en un tamiz dado.

La acción vibratoria influye sobre la eficiencia del conjunto de mallas, de manera que resulta deseable un movimiento vibratorio reproducible.

Figura 17. Tamizador del Centro de Investigaciones de Ingeniería

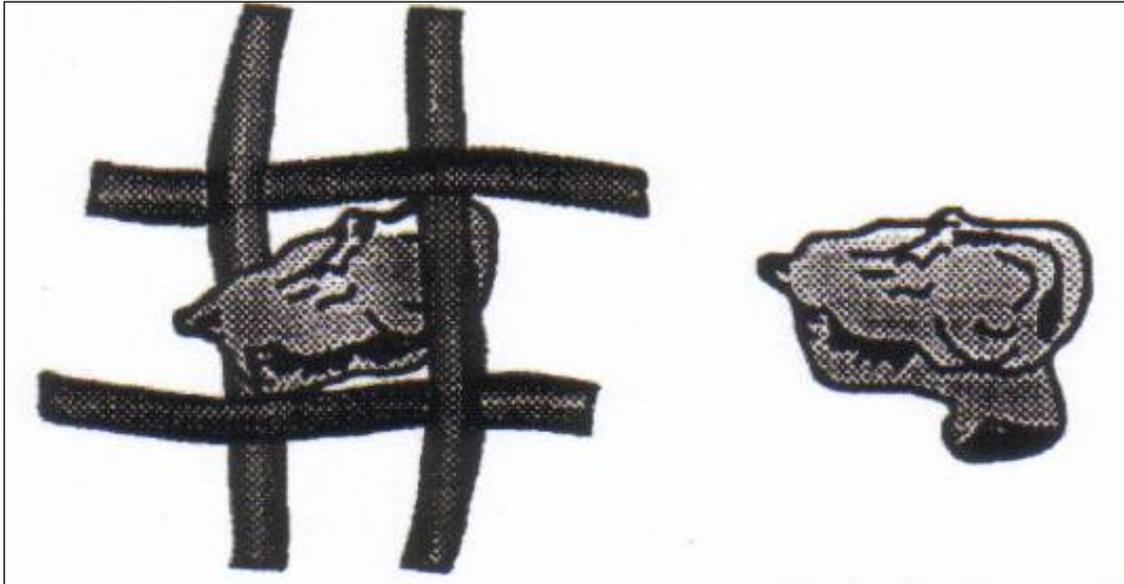


Fuente: laboratorio del Centro de Investigaciones de Ingeniería, CII, USAC.

Los tamices son clasificados con base en sus aperturas como gruesos, medianos y finos. Los tamices gruesos tienen aperturas en el rango de 100 mm a 4 mm; los tamices medianos en un orden de 4 mm a 200 μm y los finos, debajo de los 200 μm .

Algunas ASTM para el análisis de tamices son ASTM E 11-95, E 161-96 y E 323-80.

Figura 18. **Funcionamiento del análisis por tamizado**



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.113.

2.8.8.2. Agitación

La eficiencia del proceso extractivo es función del equilibrio de saturación del solvente. La agitación hace que nuevas cantidades de solvente, pobre en las sustancias extraíbles, entren en contacto con el sólido y un nuevo punto de equilibrio de saturación sea alcanzado.

El movimiento del líquido, con ayuda de bombas para la recirculación del solvente o agitadores mecánicos, desplaza el equilibrio en el sentido de la saturación del solvente, aumentando la eficiencia del proceso.

2.8.8.3. Temperatura

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

2.8.8.4. pH

El pH influye en la solubilidad de diversos compuestos, ya que permite la posibilidad de formación de sales. La obtención de alcaloides constituye un ejemplo clásico de la influencia del pH en el proceso de extracción. La extracción de alcaloides con solventes orgánicos de baja polaridad exige un pretratamiento con soluciones alcalinas, buscando con esto liberar los alcaloides de sus sales y, así, volverlos solubles en el solvente orgánico. En el caso de extracción de alcaloides con soluciones acuosas es necesario un pH ácido; con esto se busca la conversión de los alcaloides en sus respectivas sales, solubles en agua.

2.8.8.5. Naturaleza del solvente

Dependiendo de la finalidad deseada, el solvente utilizado extrae, selectivamente o no, cierta clase de compuestos. Entre los solventes generales, los más utilizados son los alcoholes alifáticos de hasta 3 carbonos o mezclas de estos con el agua. Estos solventes logran extraer la gran mayoría de las sustancias naturales de interés como los alcaloides, los flavonoides, los glicósidos cardiotónicos y los terpenos.

Debido a su poder extractivo estos solventes son los indicados; pero en los casos en que los constituyentes activos de las plantas no son bien conocidos, es necesario agotar completamente la materia prima.

El alcohol etílico y su mezcla con agua es el solvente por excelencia para la obtención de extractos y tinturas. Cuando no existen estudios específicos, se recomienda utilizar la mezcla de alcohol: agua 7:3 u 8:2 para la extracción de las partes leñosas de la planta, raíces y semillas; mientras la proporción de 1:1 es recomendada para extraer las hojas o las partes aéreas verdes, ya que en esta concentración se evita la extracción de la clorofila y de las sustancias polimerizadas o resinoides que, generalmente, no presentan actividad terapéutica, pero complican las etapas siguientes de purificación, por el hecho de presentar precipitados viscosos.

2.8.8.6. Tiempo de extracción

El tiempo de lixiviación es un factor importante que incide en el porcentaje de recuperación del soluto. Por lo general, a mayor tiempo de contacto, mayor será la cantidad extraída. Sin embargo, transcurrido cierto tiempo de lixiviación, la extracción del material cesa, debido a que el sólido está completamente agotado. El tiempo de extracción depende principalmente del tamaño de la partícula y de la influencia de factores de transferencia de masa y de operación. Esto en realidad puede fraccionarse para explicar los fenómenos de transferencia de masa ocurridos:

- El disolvente se transfiere del volumen de solución a la superficie del sólido, es decir se da el fenómeno de adsorción inicialmente.
- Después, dicho solvente penetra o se difunde en el sólido por medio de adsorción.

- El soluto se disuelve en el disolvente.
- Entonces el soluto se difunde a través de la mezcla del sólido y disolvente hasta la superficie de la partícula. Esto ocurre debido a que los poros se han saturado, y existe por lo tanto un gradiente de concentración entre estos y las afueras de los mismos. De modo, que los poros saturados se drenan debido al efecto de la difusión.
- Finalmente, el soluto se transfiere a la solución general.

Debido a estos fenómenos, el sólido va volviéndose cada vez más poroso, lo cual aumenta el área de contacto y facilita el proceso de extracción. El aumento en la porosidad del sólido puede determinarse experimentalmente por medio del cambio en la densidad del sólido antes de lixiviar y del sólido ya agotado. Por otro lado, entre los factores operacionales que interfieren en el tiempo de extracción, se puede mencionar a la agitación en el caso de la maceración dinámica, ya que la agitación permite que los fenómenos de transferencia de masa mencionados ocurran más rápidamente. En el caso de la percolación, el tiempo que debe considerarse es el tiempo de residencia, es decir el tiempo que tarda el solvente en atravesar al sólido lixiviable.

2.8.8.7. Relación sólido-líquido

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

También es importante mencionar que por razones de economía no es conveniente utilizar una proporción sólido/líquido demasiado pequeña, puesto que la misma se encontrará muy diluida; por lo que será necesario un gasto mayor en recursos para la concentración posterior de la misma.

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

2.8.8.8. Etapas de extracción

La extracción puede llevarse a cabo en una única etapa o en etapas múltiples. Esto dependerá del equipo utilizado y de las condiciones del proceso. En el equipo Soxhlet, el mismo sistema permite la obtención de varias etapas, ya que el equipo continuamente se está drenando y volviendo a llenar; sin embargo, en otro tipo de equipo como un tanque o recipiente cualquiera en el que se permite que ocurra la maceración, puede trabajarse solamente en una etapa o bien en etapas múltiples.

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

2.9. Procesos de extracción

Los procesos de extracción varían en función de la escala de producción, de la naturaleza y calidad de la materia prima y de la naturaleza del solvente. Los procesos de extracción pueden ser divididos en dos grupos:

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

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

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

Las descripciones precisas de la técnica eran la garantía de la calidad del extracto en una época en que pocos constituyentes activos de las materias primas eran conocidos y las técnicas analíticas eran menos sofisticadas. Modernamente, los extractos se caracterizan por el contenido de sus constituyentes activos, determinación del residuo seco y del contenido alcohólico, no detallándose el proceso de su obtención.

2.9.1. Maceración

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

En una operación de lixiviación típica, la mezcla sólida que va a ser separada está formada de partículas insolubles y solubles en determinado disolvente. De modo que el solvente agregado debe corresponder a las características fisicoquímicas de los componentes a extraer del sólido utilizado. De este modo ambas fases entran en contacto íntimo y el soluto o los solutos se difunden desde el sólido a la fase líquida, lo que permite una separación de los componentes originales del sólido. La solución obtenida como producto consiste en el disolvente y en el soluto soluble.

En un caso ideal, todo el soluto es disuelto por el solvente y ningún otro componente es obtenido simultáneamente. Sin embargo, en realidad no se logra extraer el material deseable en su totalidad y también es posible que otros componentes sean disueltos debido a que presentan solubilidad en el medio seleccionado y por lo tanto también serán obtenidos como producto. No pudiendo evitarse esto en la mayoría de los casos, pues no existe un solvente específico y único para cada componente. Además de que por lo general no se utilizan solventes puros, por lo que el agua se ve involucrada, y en esta última una gran variedad de componentes se solubilizan. Por todo esto, es necesaria una separación y purificación del componente deseado, luego de su extracción.

2.9.2. Percolación

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

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

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

El residuo puede ser sometido a presión y el fluido obtenido es combinado con el percolado, el cual es concentrado, generalmente por destilación bajo presión reducida, de manera que los constituyentes de interés sean sometidos a la menor cantidad de calor posible.

2.9.3. Equipos de extracción a nivel laboratorio (sólido-líquido)

El objetivo de la extracción es disolver uno o más constituyentes de la sustancia por el tratamiento con un solvente. Cuando la sustancia es un sólido puede ser permitido extraerse a temperaturas normales (maceración) o a elevadas temperaturas (digestión), la solución o extracto obtenido puede ser separado posteriormente. Existe un tercer método, el cual consta de evaporar el solvente con la materia (decocción). En el laboratorio, muchas extracciones son hechas con solventes diferentes al agua; en estos los aparatos para hacer la lixiviación consisten en:

- Un recibidor donde el solvente es llevado a ebullición y el extracto retorna.
- Un tubo o espacio para conducir el vapor a un condensador, el cual retorna el líquido; si este tubo está ubicado afuera del aparato, entonces la extracción en frío toma lugar, pero si el tubo está alrededor del vaso de extracción o si el vapor ascendente es una mezcla con el condensado recorriendo la sustancia extractable, la operación de lixiviación puede ser conducida a temperaturas arriba del punto de ebullición del solvente.
- El recipiente de extracción: las formas en que un aparato de extracción sólido-líquido realiza el tipo de extracción son:
 - Percolación
 - Infusión continua (siempre sumergida en la solución)
 - Infusión intermitente: esta tiene la ventaja de que la solución en contacto con la sustancia es periódicamente reemplazada con una fresca cantidad de solvente.

Los aparatos de Szombathy y el de Soxhlet, con el simple uso del sifón, han traído un grado mayor de perfección. Si el solvente requerido para una extracción es una mezcla de líquidos de diferentes puntos de ebullición, se debe entonces tomar muy en cuenta la selección del aparato a usar, porque algunos tipos de aparatos que incluyen un sifón no operan satisfactoriamente con dichas mezclas de solventes.

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

Cuando se usan los tipos de aparatos en los que una infusión intermitente toma lugar, muchas veces es conveniente conocer la velocidad del condensado, que será comparado con la velocidad a la que es llenado el sifón (como una manera de estudiar la dificultad de paso por la forma del lecho o el período de humectación de la partícula), y con esto sacar conclusiones más adelante; además, es muy sencillo identificar el número de etapas de extracción que se han realizado en determinado tiempo.

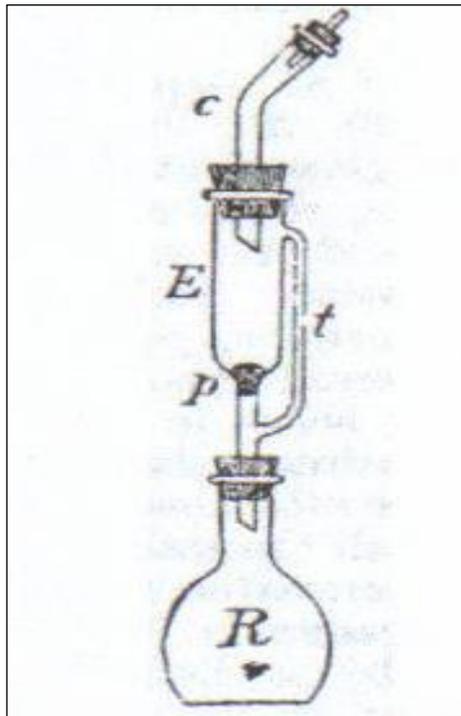
2.9.3.1. Equipos de percolación

Existen varios equipos para el proceso de percolación, los cuales se describen a continuación.

2.9.3.1.1. Equipo de extracción de Zulkowski

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

Figura 19. Equipo de extracción de Zulkowski

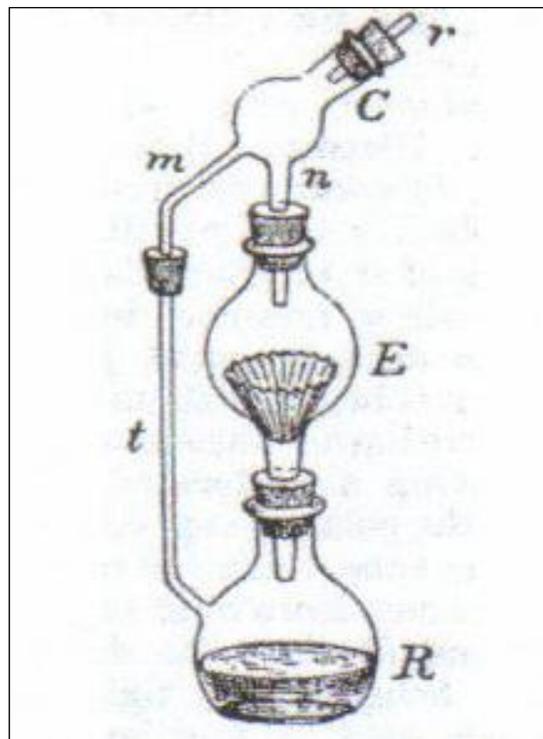


Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p. 118.

2.9.3.1.2. Equipo de extracción de Drechsel

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

Figura 20. **Equipo de extracción de Drechsel**

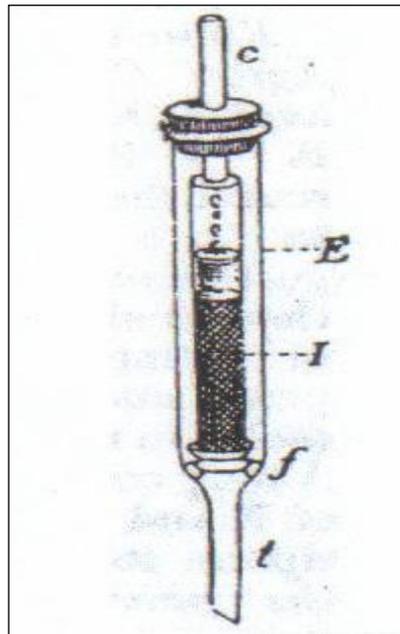


Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.117.

2.9.3.1.3. Equipo de extracción de Tollens

El material biológico extraído es puesto en el tubo interior I, que es ligeramente contraído al fondo f y expandido a la orilla, donde un papel filtro es colocado. El tubo I es puesto en un tubo de mayor diámetro E y descansa en el fondo en pequeñas varillas dobladas en el fondo f, que previene el cerrado de la apertura en la parte angosta t, el cuello t es colocado en un corcho dentro del matraz que contiene un condensador. Las gotas del líquido condensado caen nuevamente a I y lixivian el material biológico colocado ahí. Este aparato es muy delicado para trabajar debido a que las varillas de vidrio colocadas en el punto f, son muy frágiles, las ventajas residen en rápidas y eficientes extracciones.

Figura 21. **Equipo de extracción de Tollens**



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero.* p.119.

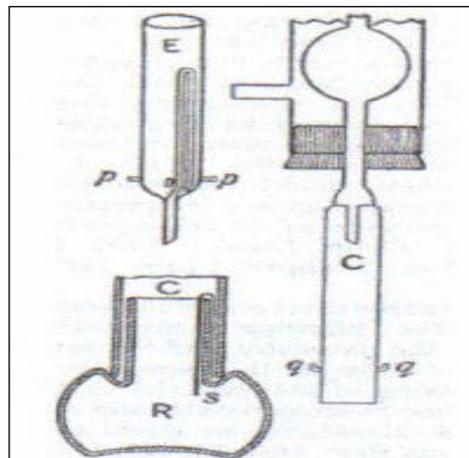
2.9.3.1.4. Equipo de extracción de Knorr

Este equipo rechaza el uso

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

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

Figura 22. Equipo de extracción de Knorr



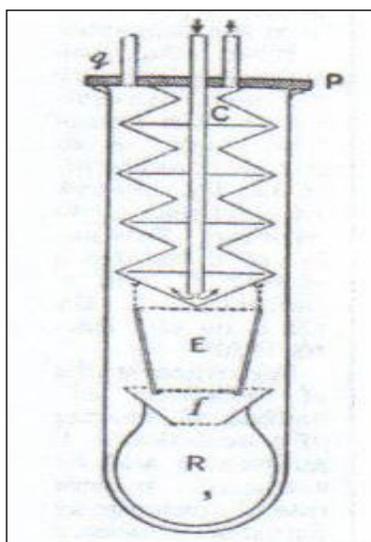
Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero.* p.116.

2.9.3.1.5. Equipo de extracción de Wiley

Es un aparato de diseño compacto; evita todos los corchos y las articulaciones. Una placa de latón P; un condensador C metálico, en cuatro secciones cada una, conformada por dos conos de base fija a la plataforma, adjuntados a P. Los platos son circulares y directos al vapor de agua contra los lados. La sustancia que se extrae descansa sobre el asbesto en un crisol E que tiene un fondo perforado extraíble y que cuelga desde el condensador.

El extracto se puede colectar ya sea en el tubo o en un pequeño frasco R, equipada con un embudo f; en este último caso, el mercurio se coloca entre R y el tubo. El disolvente es introducido en q, que se cierra después de que el disolvente ha hervido por un tiempo y expulsado el aire del aparato.

Figura 23. Equipo de extracción de Wiley

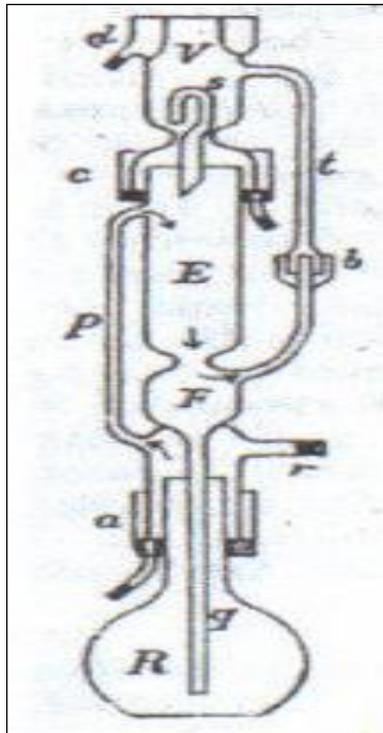


Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.115.

2.9.3.1.6. Equipo de extracción de Wollny

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

Figura 24. **Equipo de extracción de Wollny**



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.118.

2.9.3.2. Equipos de infusión continua

El equipo de infusión se describe a continuación en el equipo de extracción de Scheibler.

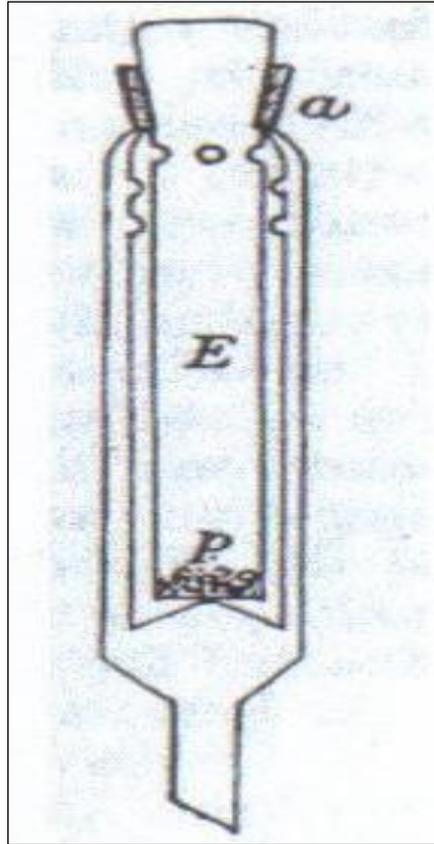
2.9.3.2.1. Equipo de extracción de Scheibler (segundo)

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

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

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

Figura 25. **Equipo de extracción de Scheibler**



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.118.

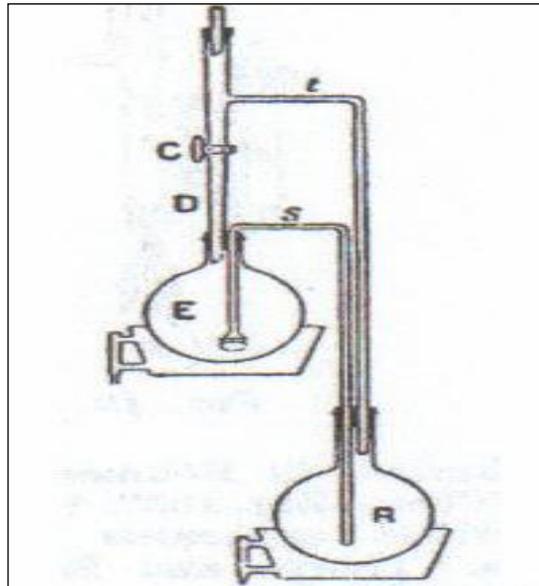
2.9.3.3. Equipos con infusión intermitente

Existen varios equipos para el proceso de equipos con infusión intermitente, los cuales se describen a continuación.

2.9.3.3.1. Equipo de extracción de Auld y Pickle

La sustancia disolvente se coloca en un gran perno de cabeza matraz E, que se calienta en un baño de María. El vapor se eleva a través de un amplio tubo D, siempre con un gran agujero del grifo C, para el condensador en la parte superior. S es un largo tubo que termina en E en un pequeño embudo lleno de lana y algodón cubierto con mucha muselina o tela de algodón; el otro extremo de s lleva al receptor R. Un tubo bastante amplio, r pasa de D, por encima de C, a R. Cuando el solvente está saturado, C está cerrado por un momento, y la presión de vapor de las unidades lleva la solución a través de s, que actúa como un sifón. El solvente hierve ahora en I y el vapor se eleva a través de t, se condensa y cae de nuevo en E. La operación se repite hasta que la extracción se ha completado.

Figura 26. **Equipo de extracción de Auld y Pickle**

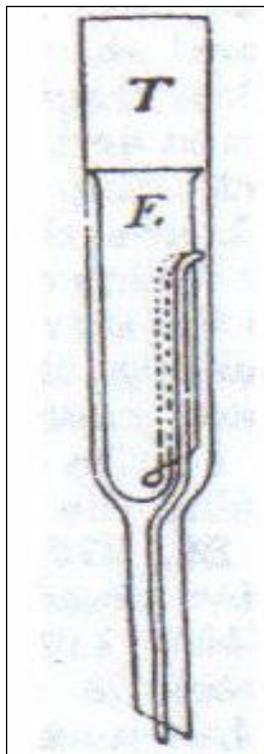


Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.114.

2.9.3.3.2. Equipo de extracción de Clausnizer y Wollny

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

Figura 27. **Equipo de extracción de Clausnizer y Wollny**

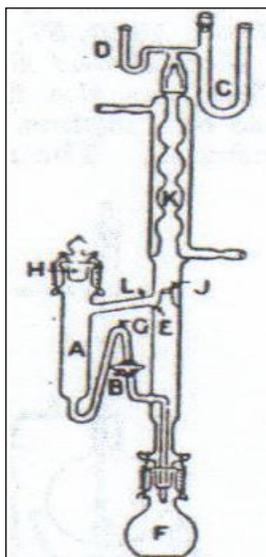


Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero.* p. 115.

2.9.3.3.3. Equipo de extracción de Jerwitz

Al utilizar este receptor matraz, F, se adjunta a la parte inferior del condensador y se mantiene en su lugar. Un cartucho del material se coloca en el vaso de extracción A; el éter se vierte en el hasta el nivel E, luego el vaso se cierra por medio de un tapón H. La junta B entonces se abre y el éter es sifoneado a F, el vapor se eleva a través de K, donde es enfriado por agua que circula por el condensador. El éter condensado es conducido a través de L a J, donde se acumula y es sifoneado intermitentemente a través de G. Cuando la extracción se haya completado, B se cierra y el éter se colecta en A. F puede ser retirado y el éter sifoneado en otro vaso. En la parte superior del aparato un tubo de cloruro de calcio C, impide el acceso de humedad para el éter, y el pequeño tubo D, que contiene mercurio actúa como una válvula de seguridad.

Figura 28. Equipo de extracción de Jerwitz



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.117.

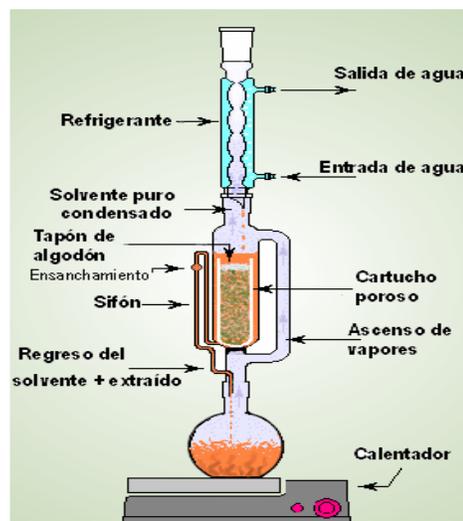
2.9.4. Lixiviación con equipo de extracción tipo Soxhlet

Consiste en la acción de separar con un líquido una fracción específica de una muestra, dejando el resto lo más íntegro posible. Se pueden realizar desde los tres estados de la materia, y se llaman de la siguiente manera:

- Extracción sólido – líquido
- Extracción líquido – líquido
- Extracción gas – líquido

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

Figura 29. Extracción con equipo Soxhlet



Fuente: ESQUITE, Bryan. *Cuantificación de pérdidas de azúcar en los efluentes del proceso industrial de un ingenio azucarero*. p.119.

La extracción Soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas:

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

2.9.5. Cromatografía en fase gaseosa

Es una técnica que permite la separación de sustancias volatilizables. La separación tiene como base la distribución diferencial de las sustancias entre una fase estacionaria, sólida o líquida, y una fase móvil gaseosa. La muestra es introducida en una columna que contiene la fase estacionaria, a través del sistema de inyección. Temperaturas apropiadas en el sitio de la inyección y en la columna, posibilitan la volatilización de los componentes de la muestra, los cuales, de acuerdo con sus propiedades y las de la fase estacionaria, son retenidos por tiempos variables y llegan al final de la columna en tiempos diferentes. Un detector adecuado, a la salida de la columna, permite la detección y la cuantificación de las sustancias.

La cromatografía en fase gaseosa es una técnica de análisis que ofrece resoluciones excelentes, con sensibilidad del orden de miligramos a picogramos. Los resultados son cuantitativos y se obtienen en un espacio de tiempo relativamente corto. Las desventajas son: los componentes de las muestras deben ser estables a la temperatura de operación, las muestras tienen que ser volátiles; es necesario hacer un tratamiento preliminar de las muestras, lo que convierte el proceso en difícil y complejo; además, su eficacia no es muy alta como técnica para las identificaciones cualitativas.

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

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

2.10. Análisis de la fracción lipídica

El análisis químico de los extractos de plantas es muy importante en el control de la calidad. Después de identificar el material inicial, pueden iniciarse las investigaciones cuantitativa y cualitativa. Este análisis debe envolver preferiblemente alguna clase de método cromatográfico. La calidad del extracto de la planta puede ser dada como una huella digital en el cromatograma, en el caso de que los componentes principales no sean conocidos o resulten demasiado complejos.

2.11. Monitoreo del proceso

Entre las propiedades físicas que se analizan para las oleorresinas están la densidad, pH, pérdida de peso del sólido, índice de refracción, sólidos extractables, entre otros.

2.11.1. Densidad

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

2.11.2. pH

El pH puede ser un indicativo de la forma en que se está llevando a cabo el proceso, ya que la solución, conforme ocurre el proceso de extracción puede irse acidificando, neutralizando o bien alcalinizando, dependiendo del tipo de soluto que se está extrayendo y de la reacción que se lleve a cabo entre este y el disolvente.

2.11.3. Pérdida de peso del sólido

El sólido perderá peso debido al proceso de extracción de solutos a partir del mismo. Por ello, puede pesarse el sólido al inicio y al final del proceso completo, para determinar la cantidad extraída de solutos por medio de esta diferencia.

2.11.4. Índice de refracción

Es la relación entre la velocidad de la luz en el vacío y en la sustancia o medio transparente. Se puede medir con un refractómetro, en el que se compara su ángulo de incidencia con el ángulo de refracción de una longitud de onda específica, observando así las variaciones en el mismo a medida que ocurre la extracción.

2.11.5. Sólidos extractables

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

2.12. Propiedades del solvente

Las propiedades del solvente se describen a continuación.

2.12.1. Polaridad de un disolvente

En general, las reacciones químicas tienen lugar en fase homogénea, ya que para que dos especies entren en contacto deben estar en la misma fase. En disolución, las especies reactivas gozan de mayor libertad de movimiento y se difunden en el volumen total del disolvente, aumentando así la probabilidad de colisión entre ellas. El disolvente debe actuar sobre el soluto solvatándolo y venciendo las fuerzas intermoleculares que lo mantienen unido, pero sin dar lugar a reacción.

En función de la naturaleza del soluto y del disolvente, las fuerzas de solvatación entre ambos pueden ser de diferentes tipos: enlaces de hidrógeno, interacciones polares y fuerzas de London.

El disolvente idóneo suele tener características químicas y estructurales similares a las del compuesto a disolver. La polaridad y, consecuentemente, la solubilidad de los compuestos orgánicos en disolventes polares, aumenta con la disminución de la longitud de la cadena hidrocarbonada, la presencia de grupos funcionales polares y la capacidad de formación de enlaces de hidrógeno con el disolvente.

La polaridad es una característica muy importante de los disolventes debido a que determina la solubilidad y el orden de elución de los compuestos en técnicas de separación como la cromatografía.

2.12.2. Constante dieléctrica y momento dipolar

La constante dieléctrica y el momento dipolar son propiedades complementarias de una sustancia. Con frecuencia se utilizan ambas constantes físicas para caracterizar su polaridad, aunque el momento dipolar no representa la polaridad de un disolvente. Cuando se dice que una molécula es polar, es porque tiene un elevado momento dipolar. Sin embargo, cuando se dice que un disolvente es polar, significa que tiene una elevada constante dieléctrica. En otras palabras, la polaridad de un disolvente o constante dieléctrica es una propiedad macroscópica, mientras que la polaridad molecular o momento dipolar es una propiedad de moléculas aisladas.

Aunque la polaridad de un disolvente depende de muchos factores, puede definirse como su capacidad para solvatar y estabilizar cargas. Arbitrariamente,

y como punto de referencia, empiezan a considerarse polares aquellos disolventes que poseen una constante dieléctrica superior a 15.

2.12.3. Polaridad de enlace

Cuando dos átomos están unidos por un enlace covalente, el par de electrones compartido puede ser atraído por igual por ambos átomos, o puede ocurrir que uno de ellos lo atraiga más fuertemente que el otro. Si ocurre lo primero, el centro de cargas positivas coincide con el de las negativas y el enlace no está polarizado. Pero si el par de electrones no es atraído por igual por ambos núcleos, se situará más próximo a uno de ellos y entonces los centros de las cargas positiva y negativa no coincidirán y un extremo del enlace tendrá un exceso de carga negativa y el otro extremo un defecto. Habrá un centro o polo positivo y un centro o polo negativo y el enlace estará polarizado.

La polaridad de los enlaces se debe a la electronegatividad característica de cada átomo, que fue definida por Pauling como la capacidad de cada átomo dentro de una molécula para atraer los pares de electrones hacia él. Cuanto mayor sea la diferencia de electronegatividad de dos átomos enlazados, mayor será la polaridad del enlace entre ambos. Los átomos con distinta electronegatividad presentan la densidad electrónica desplazada hacia el átomo más electronegativo.

No se debe confundir la polaridad del enlace con el término polarizabilidad. Todas las moléculas llevan asociada una densidad electrónica, de forma que en presencia de un campo externo, esta se distorsiona y se genera un momento dipolar inducido que se opone a dicho campo.

Este fenómeno se denomina polarizabilidad, aunque es más importante en el caso de los electrones sujetos con menor intensidad, como los ubicados en la parte externa de átomos pesados.

2.12.4. Propiedades de los disolventes comunes

En la tabla IV se muestran algunas propiedades con las que se caracterizan los disolventes. Los disolventes han sido agrupados en disolventes no polares, polares apróticos y polares próticos en orden ascendente de polaridad.

Tabla V. Propiedades de algunos disolventes

Disolvente	Fórmula química	Punto de ebullición	Constante dieléctrica	Densidad
Disolventes no polares				
Hexano	CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₃	69 °C	2	0,655 g/mL
Benceno	C ₆ H ₆	80 °C	2,3	0,879 g/mL
Tolueno	C ₆ H ₅ -CH ₃	111 °C	2,4	0,867 g/mL
Éter dietílico	CH ₃ CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₃	35 °C	4,3	0,713 g/mL
Cloroformo	CHCl ₃	61 °C	4,8	1,498 g/mL
Acetato de etilo	CH ₃ -C(=O)-O-CH ₂ -CH ₃	77 °C	6	0,894 g/mL
Disolventes polares apróticos				
1,4-Dioxano	$\begin{array}{c} /-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2- \\ \text{O}-\backslash \end{array}$	101 °C	2,3	1,033 g/mL
Tetrahidrofurano (THF)	$\begin{array}{c} /-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\backslash \end{array}$	66 °C	7,5	0,886 g/mL
Diclorometano (DCM)	CH ₂ Cl ₂	40 °C	9,1	1,326 g/mL
Acetona	CH ₃ -C(=O)-CH ₃	56 °C	21	0,786 g/mL
Acetonitrilo (MeCN)	CH ₃ -C≡N	82 °C	37	0,786 g/mL
Dimetilformamida (DMF)	H-C(=O)N(CH ₃) ₂	153 °C	38	0,944 g/mL
Dimetil sulfóxido (DMSO)	CH ₃ -S(=O)-CH ₃	189 °C	47	1,092 g/mL

Continuación de la tabla V.

Disolventes polares próticos				
Ácido acético	$\text{CH}_3\text{-C(=O)OH}$	118 °C	6,2	1,049 g/mL
n-Butanol	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$	118 °C	18	0,810 g/mL
Isopropanol (IPA)	$\text{CH}_3\text{-CH(-OH)-CH}_3$	82 °C	18	0,785 g/mL
1-Propanol n-Propanol	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-OH}$	97 °C	20	0,803 g/mL
Etanol	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-OH}$	79 °C	24	0,789 g/mL
Metanol	$\text{CH}_3\text{-OH}$	65 °C	33	0,791 g/mL
Ácido fórmico	H-C(=O)OH	100 °C	58	1,21 g/mL
Agua	H-O-H	100 °C	80	1,000 g/mL

Fuente: elaboración propia, con datos extraídos de MCMURRY, John. *Química orgánica*. México: Thomson Editores, S. A.

2.12.5. Características de los disolventes próticos y apróticos

Los disolventes próticos son moléculas en general muy polares que contienen protones (H) ácidos y por lo tanto pueden formar enlaces de hidrógeno con los solutos. Los disolventes apróticos son aquellos que no contienen hidrógenos ácidos, por lo cual no pueden formar puentes de hidrógeno.

En la siguiente tabla se establece una clasificación general de los disolventes, considerando su carácter polar o apolar y la capacidad para ceder protones y formar enlaces de hidrógeno. Se muestran las propiedades que presentan los compuestos próticos y apróticos.

Tabla VI. **Clasificación de disolventes considerando su carácter polar o no polar**

Tipos de disolvente	Características
Próticos	<ul style="list-style-type: none"> • Poseen un grupo funcional capaz de ceder protones (OH, NH, SH). • Capacidad de formar puentes de hidrógeno. • Polares. • Ejemplos: agua, ácidos carboxílicos, alcoholes, aminas.
Apróticos polares	<ul style="list-style-type: none"> • Carecen de grupos funcionales capaces de ceder protones. • Constante dieléctrica alta. • Ejemplos: DMSO, DMF, HMPA, nitrilos, cetonas, nitrocompuestos.
Apróticos apolares	<ul style="list-style-type: none"> • Carecen de grupos funcionales capaces de ceder protones. • Constante dieléctrica baja. • Ejemplos: hidrocarburos (alifáticos, aromáticos, halogenados), éteres, ésteres, halogenuros de alquilo.

Fuente: BIDLINGMEYER, Brian. *Practical HPLC methodology and applications*. p.35.

2.12.6. Índices de refracción

Es una medida que indica cuánto se reduce la velocidad de la luz al pasar por el material. Los lentes vienen disponibles en diferentes índices de refracción. El espesor del lente es inversamente proporcional al índice de refracción. En la siguiente tabla se hace un listado de los índices de refracción de algunos solventes, incluyendo su fórmula y algunas propiedades.

Tabla VII. Índices de refracción de algunos solventes

Solventes apróticos nombre (abrev)	Fórmula	e ^a	PEb ^b (°C)	Densidad ^c	Ind. refr. ^c
Perfluorohexano	CF ₃ (CF ₂) ₄ CF ₃	-	59	1,669	1,2515
a,a,a-trifluorotolueno	CF ₃ -C ₆ H ₅	-	103	1,189	1,414
Pentano	CH ₃ (CH ₂) ₃ CH ₃	1,84	36	0,626	1,3575
Hexano	CH ₃ (CH ₂) ₄ CH ₃	1,88	69	0,659	1,3749
Ciclohexano	C ₆ H ₁₂	2,02	81	0,779	1,4262
Metilciclohexano	CH ₃ -C ₆ H ₁₁	2,02	101	0,769	1,4231
Decalin	C ₁₀ H ₁₈	2,15	192	0,887	1,4758
Dioxanos	C ₄ H ₈ O ₂	2,21	101	1,034	1,4224
Tetracloruro de carbono	CCl ₄	2,24	77	1,584	1,4164
Freon-11	CFCl ₃	2,28	24	1,494	1,3821
Benceno	C ₆ H ₆	2,28	80	0,879	1,5011
Tolueno	CH ₃ -C ₆ H ₅	2,38	111	0,867	1,497
Trietilamina	(C ₂ H ₅) ₃ N	2,42	90	0,728	1,401
Sulfuro de carbono	CS ₂	2,64	46	1,27	1,628
Diisopropil éter	[(CH ₃) ₂ CH] ₂ O	3,88	68	0,724	1,3681
Dietil éter	(C ₂ H ₅) ₂ O	4,34	35	0,713	1,3524
t-butil metil éter (MTBE)	(CH ₃) ₃ COCH ₃	-	55	0,74	1,3686
Cloroformo	CHCl ₃	4,81	61	1,48	1,4429
Acetato de etilo	CH ₃ CO ₂ C ₂ H ₅	6,02	77	0,901	1,3724
1,2-dimetoxietano	CH ₃ OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	7,2	84	0,867	1,38
2-metoxietil éter	(CH ₃ OCH ₂ CH ₂) ₂ O	-	160	0,944	1,4097
Tetrahidrofurano (THF)	C ₄ H ₈ O	7,58	66	0,889	1,4072
Cloruro de metileno	CH ₂ Cl ₂	8,93	40	1,317	1,4242
piridina (Py)	C ₅ H ₅ N	12,4	115	0,983	1,5102
2-butanona (MEK)	CH ₃ COC ₂ H ₅	18,5	80	0,805	1,3788
Acetona	CH ₃ COCH ₃	20,7	56	0,79	1,3587
Hexametilfosforamida	C ₆ H ₁₈ N ₃ PO	30	235	1,028	1,4588
N-metilpirrolidinone	C ₆ H ₉ NO	32	202	1,028	1,47
Nitrometano	CH ₃ NO ₂	35,9	101	1,138	1,3812
Dimetilformamida	HCON(CH ₃) ₂	36,7	153	0,949	1,4305
Acetonitrilo	CH ₃ CN	37,5	82	0,782	1,3441
Sulfolano	C ₄ H ₈ SO ₂	43,3	287	1,262	1,482

Continuación de la tabla VII.

Dimetil sulfóxido	(CH ₃) ₂ SO	46,7	189	1,096	1,4783
propilen carbonato	C ₄ H ₆ O ₃	64	240	1,189	1,421
Solventes apróticos nombre (abreviado)	Fórmula	e^a	PEb^b (oC)	Densidad^c	Ind. R,efr.^c
Ácido propiónico	CH ₃ CH ₂ CO ₂ H	3,44	141	0,993	1,3865
Dietilamina	(CH ₃ CH ₂) ₂ NH	3,58	55	0,707	1,3854
Butilamina	CH ₃ (CH ₂) ₃ NH ₂	4,88	77	0,739	1,4014
Propilamina	CH ₃ (CH ₂) ₂ NH ₂	5,31	49	0,717	1,3882
Ácido acético	CH ₃ CO ₂ H	6,15	118	1,049	1,3719
Ácido trifluoroacético (TFA)	CF ₃ CO ₂ H	8,55	72	1,489	1,285
Fenol	C ₆ H ₅ OH	9,78	182	1,054	1,4746
Alcohol isopropílico	(CH ₃) ₂ CHOH	19,9	82	0,785	1,3772
Amoníaco (anhidro)	NH ₃	22,4	-33	0,685	1,325
Etanol (alcohol etílico)	CH ₃ CH ₂ OH	24,6	78	0,789	1,3614
2,2,2-trifluoroetanol	CF ₃ CH ₂ OH	26,5	79	1,393	1,2907
Alcohol metílico	CH ₃ OH	32,7	65	0,791	1,3284
Etilenglicol	HOCH ₂ CH ₂ OH	37,7	197	1,114	1,4318
Glicerol	HOCH ₂ CH(OH)CH ₂ OH	42,5	290	1,261	1,4746
Ácido fórmico	HCO ₂ H	58,5	101	1,22	1,3714
Agua	H ₂ O	80,2	100	0,998	1,333
Formamida	HCONH ₂	109	211	1,133	1,4475
a) En orden creciente de constante dieléctrica "e" b) Puntos de ebullición a 760 torr. c) Valores a 20 °C					

Fuente: elaboración propia, con datos extraídos de McMurry, John. *Química orgánica*.

México: Thomson Editores, S. A.

2.13. Estudios realizados en Cuba sobre la cachaza cubana no quemada

El objetivo principal de la investigación en Cuba fue diseñar un sistema sostenible de producción y uso de biodiesel a partir de residuales de la industria azucarera.

Figura 30. **Industria azucarera**



Fuente: *elaboración propia industria azucarera.*

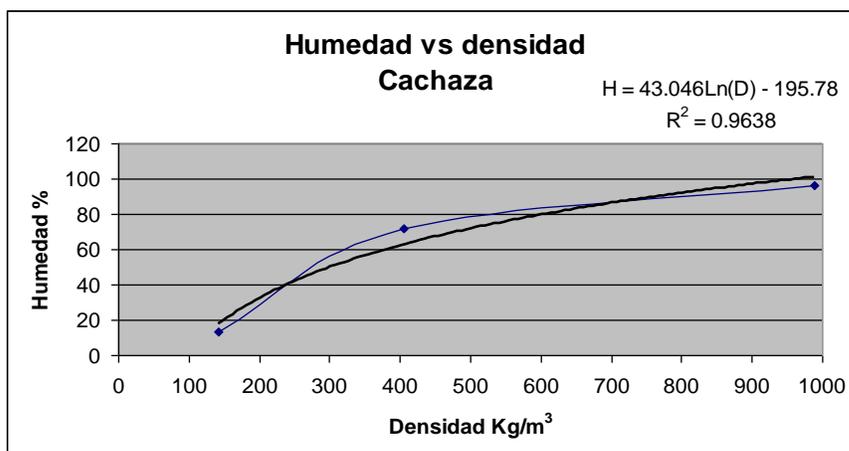
Una planta de caña tiene todos sus órganos cubiertos por una capa de cera, la cual constituye un mecanismo de defensa que regula el intercambio con el exterior, siendo una segregación del tejido epidérmico en diminutas hebras densamente acumuladas, variedades, naturaleza del suelo, tipo de cosecha y condiciones climatológicas.

En Cuba, el contenido de cera en la caña es de: 1,6 a 2 kg/ton de caña.

Determinación de propiedades físicas de la cachaza cubana no quemada.

- Humedad: 13,25 %
- Densidad: 141,92 kg/m³

Figura 31. **Curva de humedad vs densidad cachaza cubana, cantidad de cera en cachaza: 12 % base seca**



Fuente: BIDLINGMEYER, Brian. A. *Practical HPLC methodology and applications*. p. 25.

Tabla VIII. **Principales ácidos del material**

Nombre	Fórmula	Masa molar (g/mol)	Fracción
Linoléico	C17h3COOH	280	38,1
Plamítico	CH3(CH2)14COOH	256	29,2
Oléico	C17H33COOH	282	20,0

Fuente: BIDLINGMEYER, Brian. A. *Practical HPLC methodology and applications*. p. 28.

Tabla IX. **Algunos resultados obtenidos en la extracción de aceite en Cuba**

Experiencias	1	2	3	4	5	Total
Cantidad de cera extraída (g)	18,5	18,32	19,01	70,56	72,15	198,5
Rendimiento (g de cera/g de cach)	0,103	0,102	0,106	0,098	0,100	0,1
Rendimiento (g de cera/ L de solvente)	4,93	4,89	5,07	9,41	9,62	7,56
Pérdida de solvente en extractor (%)	10,4	7,73	9,33	8	8,67	8,69
Pérdida de solvente en evaporado (%)	14,88	15,9	17,35	15,22	15	15,51
Concentración de soluto en solvente (g/L)	5,51	5,29	5,59	10,23	10,53	8,28
Fracción de masa de soluto en solvente (%)	0,73	0,7	0,74	1,35	1,38	1,09
% de extracción	95,16	94,24	90,74	90,74	92,79	96,05
Se realizaron con el equipo de 10 L y en dos etapas en corrientes cruzadas						
Muestra	Densidad (kg/m³)		Viscosidad cinemática			
Cera	1 200		12			
Biodiesel	880		4,7			

Fuente: elaboración propia, con datos obtenidos en *Practical HPLC methodology and applications*.

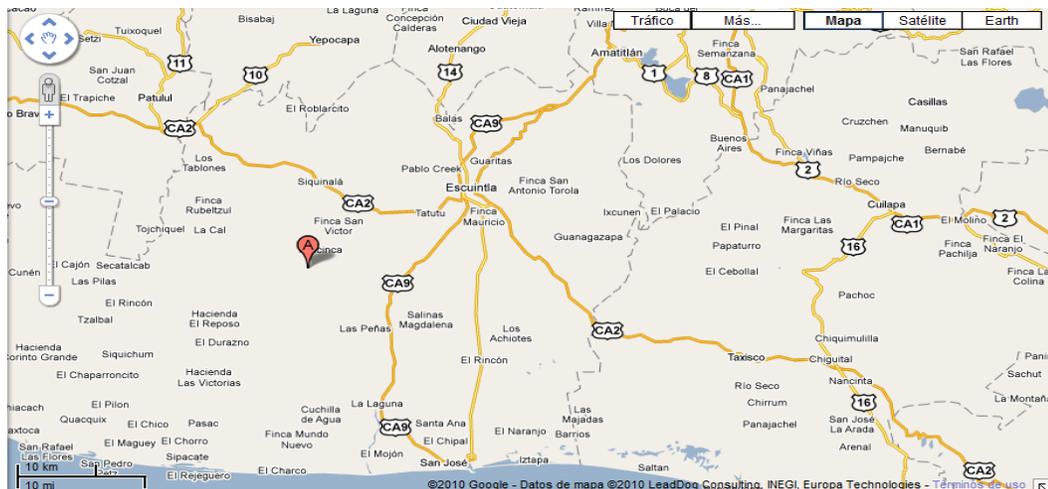
3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Localización

La parte experimental de la investigación se realizó en la Universidad de San Carlos de Guatemala, específicamente en el laboratorio:

- Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales (LIEEXVE), sección de Química Industrial, Centro de Investigaciones de Ingeniería, Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala.

.Figura 32. **Ubicación de la mayoría de ingenios azucareros en la costa sur de Guatemala**



Fuente: elaboración propia, empleando Google Maps.

Los dos ingenios en los que se hizo la investigación se ubican en la región de la costa sur del país, donde están ubicados en su mayoría.

- Ingenio No. 1
- Ingenio No. 2

3.2. Variables

Las variables de la investigación se clasificaron en: independientes, dependientes, monitoreables, no monitoreables y de respuesta.

Tabla X. **Definición de variables de la investigación**

Variable	Independiente	Dependiente	Monitoreable	No monitoreable	Respuesta
Cantidad de materia prima	X		X		
Tamaño de partícula	X		X		
Tipo de disolvente	X		X		
Relación materia prima/disolvente	X		X		
Temperatura del sistema	X		X		
Velocidad de agitación	X		X		
Tiempo de extracción		X		X	
Rendimiento de extracción		X		X	X
Densidad		X		X	
Porcentaje de humedad		X		X	
Índice de refracción		X		X	

Fuente: elaboración propia.

3.2.1. Variable de respuesta

La variable de respuesta para cada tratamiento fue la obtención del rendimiento extractivo de la fracción lipídica.

3.2.2. Obtención de la muestra

La materia vegetal se obtuvo del cultivo de la caña de azúcar; al ingresar la materia vegetal al área industrial del ingenio pasa por un proceso de molienda para ser extraído el jugo de caña o *pool*; luego pasa por un proceso de clarificación donde se sedimentan los lodos que a su vez pasan por un filtro, dejando el residuo o cachaza para ser utilizado como fertilizante en el cultivo; es en la costa sur del país donde se encuentran ubicados la mayoría de los ingenios en Guatemala; las muestras utilizadas fueron obtenidas en los ingenios número 1 e ingenio número 2. Los ingenios se encuentran a una altura de 300 a 1 000 metros sobre el nivel del mar; el clima de esta región es húmedo y frío.

3.2.3. Obtención de materia prima

Ingenios azucareros ubicados en la región de la costa del Pacífico, siendo estos el ingenio número 1 y número 2.

3.2.4. Métodos utilizados

Extracción sólido - líquido tipo Soxhlet

3.2.5. Temperatura

Temperatura de ebullición de los solventes a utilizar.

3.2.6. Solventes en función de su constante dieléctrica

- Hexano
- Acetato de etilo
- Metanol

3.2.7. Tamaño de partícula

Tamiz 40 retenido (420 micrones)

3.2.8. Tiempo de extracción y número de ciclos

Se definen las muestras para cada solvente en los diferentes ciclos, tomando como referencia el índice de refracción y la densidad del solvente.

3.3. Delimitación de campo de estudio

El estudio está delimitado por las líneas de investigación de la carrera de ingeniería química, como se muestra en la siguiente tabla.

Tabla XI. Líneas de investigación para el trabajo de graduación

Área científica y tecnológica	Área temática principal	Área temática secundaria	Línea de investigación prioritaria
Ingeniería y tecnología	Ciencias tecnológicas	Procesos tecnológicos	Extracción sólido-líquido
Ciencias naturales y exactas	Química	Química orgánica	Química del contenido lipídico

Fuente: elaboración propia.

3.3.1. Dos cachazas mixtas

Ingenio número 1 e ingenio número 2; caña molida, solo cutícula.

3.4. Obtención de materia prima

Se obtuvo mediante la cooperación de los ingenios azucareros ingenio número 1 e ingenio número 2, tomándolo directamente del filtro rotatorio del área de clarificación de cada uno. Ingenios situados en la costa sur del país, específicamente en el área de Escuintla.

Recursos humanos disponibles:

- Investigador: Br. Luis Alberto Trabanino López
- Asesor: Ing. Qco. Cesar Alfonso García Guerra
- Coasesor: Ing. Qco. Mario José Mérida Meré

3.5. Recursos materiales disponibles

Los recursos para la investigación incluyen materia prima, equipo y cristalería.

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

- Laboratorio de Análisis Físicoquímicos LAFIQ de la sección de Química Industrial del Centro de Investigaciones, Facultad de Ingeniería.

- Laboratorio de Investigaciones de Extractos Vegetales LIEXVE, sección de Química Industrial, Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala.
- Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala.

3.6. Recursos materiales

Es la materia prima, materiales auxiliares, cristalería, reactivos y equipos utilizados para el desarrollo adecuado de la parte experimental del proyecto de investigación. Estos se enlistan a continuación.

- Materia prima:
 - Cachaza No. 1 ingenio 1, costa sur del país
 - Cachaza No. 2 ingenio 2, costa sur del país
- Cristalería:
 - Balones
 - Erlenmeyer
 - Condensadores
 - Varillas de agitación
 - Probetas graduadas
 - Soxhlet
- Equipo: el equipo se muestra en la siguiente figura.

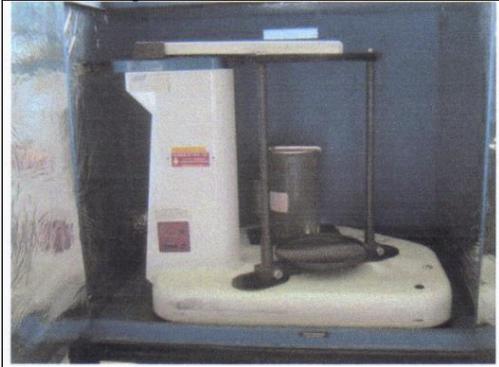
Figura 33. **Equipo utilizado en la investigación**

Nombre del equipo y sus características	Presentación
<p>Plancha de calentamiento (LIXVE) Marca: CORNING Modelo: PC-620 Voltaje: 120 V Frecuencia: 60 Hz. Potencia: 1113 W. Hecha en: Estados Unidos</p>	
<p>Bomba de vacío (LIXVE) Marca: Gast Modelo: O523-VAFG588DX Voltaje: 100 -115 V Frecuencia: 50 Hz. Potencia: ¼ Hp. Revoluciones: 1725/1425 rpm Hecha en Michigan, Estados Unidos</p>	
<p>Balanza Marca: Adventurer Serie: G1231202040133 Voltaje: 8 -14,5 V Frecuencia: 50/60 Hz. Máxima capacidad: 150 g. Lectura mínima: 0,001 g Hecha en: Estados Unidos</p>	

Continuación de la figura 33.

<p>Refrigeradora Marca: Daewoo Modelo: FR-147RV Voltaje: 115 - 120 V Frecuencia: 60 Hz. Amperaje: 1,1 A Refrigerante: R-134^a Hecha en: Korea</p>	
<p>Rotavapor (LIEXVE) Marca: Büchi Modelo: R-200 Número de fabricación: 414191030002 Voltaje: 120 V Frecuencia: 50/60 Hz. Potencia: 120 W Hecho en: Flawil, Suiza</p>	
<p>Refractómetro LIEXVE- Refractómetro Marca: Fisher Scientific Modelo: 334620 Voltaje: 120 V Frecuencia: 60 Hz. Potencia: 120 W Corriente: 0,08 A</p>	

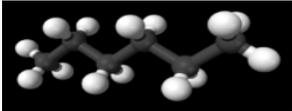
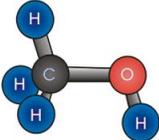
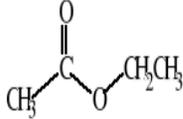
Continuación de la figura 33.

<p>Secador de bandejas (LIEXVE) Marca: PREMLAB Ancho: 1:10 m Alto: 2:50 m 15 bandejas</p>	
<p>Tamizadora Humboldt MFG. Co. Voltaje 120 V Hecho en: USA</p>	

Fuente: elaboración propia, fotografías tomadas en el laboratorio.

- Reactivos: se presentan en la tabla siguiente.

Tabla XII. **Reactivos utilizados en la investigación**

Reactivo	Metanol absoluto	Hexano grado reactivo	Acetato de etilo
Características	Fórmula: CH ₄ O Grado reactivo Masa molecular: 32,04 g/mol Densidad a 25 °C: 0,7918 g/cm ³ Punto de ebullición: 65 °C Punto de fusión: -97.16 °C Constante dieléctrica a 25 °C: 33 Índice de refracción a 20 °C: 1,3284	Fórmula: C ₆ H ₁₄ Grado reactivo Masa molecular: 86,3 g/mol Densidad a 25 °C: 0,659 g/ml Punto de ebullición: 69 °C Punto de fusión: -95 °C Constante dieléctrica a 25 °C: 2 Índice de refracción a 20 °C: 1,382	Formula: C ₄ H ₈ O ₂ Grado reactivo Peso molecular: 88,1 g/mol Densidad a 25 °C: 0,894 g/ml Punto de ebullición: 77 °C Punto de fusión: -83 °C Constante dieléctrica a 25 °C: 6 Índice de refracción a 20 °C: 1,3719
Estructura molecular			

Fuente: HEATH, Henry. *Flavor Chemistry and Technology*. p. 162.

3.7. Técnica cualitativa o cuantitativa

A continuación, se detalla la metodología utilizada en el ensayo escala laboratorio.

- Pruebas preliminares: comprenden las pruebas realizadas antes de iniciar el proceso de extracción de la fracción lipídica.

- Rendimiento máximo por Soxhlet: este es un proceso de lixiviación que se lleva a cabo entre dos fases: una sólida y otra líquida; una fase estática (sólido) y la fase líquida que es móvil. El solvente se encuentra en un matraz de fondo plano o redondo, el cual es removido con un agitador magnético; se eleva la temperatura al punto de ebullición del solvente; esto con el objetivo de que el solvente evaporado se desplace en el *bypass* ubicado en el equipo de extracción Soxhlet para luego condensarse en el refrigerante *Allihn* o de bolas y depositarse en el tubo extractor, donde se encuentra la materia prima dentro de un dedal de celulosa. Todo el proceso se realiza de la siguiente manera:
 - Una vez el nivel del soluto alcanza la altura del tubo de reflujo se produce el efecto de sifón que regresa el solvente al matraz de fondo plano, donde se repite el proceso.
 - El tiempo de contacto entre el soluto y el solvente es variable, ya que lo es también cada uno de los ciclos y depende muchas veces de las pérdidas de calor que se puedan presentar en el sistema. En este método extractivo es necesario tomar como parámetro de control del proceso la temperatura a la cual el solvente alcanza el punto de ebullición.
 - Durante este proceso se lleva a cabo un monitoreo para determinar el final de la extracción; se toman alícuotas del solvente que se encuentre dentro del equipo Soxhlet para determinar valores de densidad y humedad. El punto final será cuando el valor de los sólidos totales del extracto dentro del equipo Soxhlet muestre un valor constante.
 - El tiempo de extracción es continuo hasta agotar el material, es decir, que el líquido pase incoloro por el tubo sifón. Se utilizan tres solventes diferentes: metanol, hexano y acetato de etilo.

- Secado de la materia prima: colocar la cantidad de materia prima necesaria en el secador de bandejas del Laboratorio de Investigación de Extractos Vegetales, sección de Química Industrial, Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.
- Determinación de porcentaje de humedad: la humedad de una muestra no es solo el contenido de agua, comprende también toda materia volátil que se elimina por calentamiento, conduciendo a pérdida de peso. Entre estas sustancias se tiene: agua, grasas, aceites, alcoholes, disolventes, materias aromáticas, componentes volátiles y productos de descomposición. Debido a que se cuenta con una balanza de humedad, se deposita una muestra de 1 g, y la balanza indica el porcentaje de humedad en la muestra.
- Molienda y tamizado de la materia prima: el material previamente molido se hace pasar por una torre de tamices con distinta secuencia; según el producto tamizado, para la cachaza, fue de la siguiente forma:

Tabla XIII. **Tamices para cachaza**

No. de tamiz	Tamaño de tamiz en mm
16	1,18
20	0,850
40	0,425
50	0,300
60	0,250
100	0,150
140	0,106
Fondo	>0,106

Fuente: elaboración propia, con datos extraídos de la norma ASTM E-11/95.

- Maceración dinámica: la materia prima se coloca en un balón de cuello corto con esmeril 24/40, de 500 mL de capacidad; en una relación de materia prima fresca/solvente de 1:12 (w/v); colocándose 7 gramos de materia prima y 375 mL de solvente. Los pasos del presente proceso son los siguientes:
 - El método utilizado es el de maceración dinámica con reflujo, se coloca el condensador en el cuello del balón y todo el equipo se ubica en una plancha de calentamiento durante el tiempo determinado para cada solvente, a temperatura de ebullición.
 - Los extractos obtenidos se secan por evaporación, luego se colocan en recipientes cerrados color ámbar para su posterior caracterización y utilización en el proceso de tinción de fibras.
 - Para poder analizar la calidad del extracto obtenido se procede de la siguiente manera: se concentra a presiones negativas de 15" Hg en un rotavapor, a temperatura no mayor de 40 °C y seleccionando una rotación constante del equipo. El tiempo de extracción de solvente es continuo, hasta que la muestra no tenga presencia de solvente.
 - El residuo obtenido contiene los componentes de las fracciones lipídicas obtenidas, las cuales son almacenadas en viales; ambas debidamente identificadas y en refrigeración. Después de obtener los extractos se le realizan pruebas físicas y químicas.

- Determinación de los sólidos extraíbles: consiste en la determinación de la cantidad de sólidos presentes en el extracto después de la eliminación total del solvente. Se determina de la siguiente manera:

Determinación de sólidos = Diferencia de pesos en muestras en cada ciclo.

- Determinación de la densidad: la densidad relativa es la relación entre la masa de un determinado volumen a 25 °C y la masa de un volumen igual de agua a la misma temperatura. El procedimiento para la determinación de la densidad es el siguiente:
 - Tarar el picnómetro perfectamente limpio y seco.
 - Llevar el picnómetro hasta el borde con la solución y colocar el termómetro tapadera; se producirá un pequeño rebalse por el canal lateral; colocar la tapadera del canal lateral.
 - Secar perfectamente y tarar en una balanza analítica.
 - Determinar la densidad de la manera siguiente:

$$\text{Densidad} = \frac{\text{Masa muestra} - \text{Masa picnómetro}}{\text{Volumen picnómetro}}$$

- Determinación del pH: el pH es un valor que representa convencionalmente la concentración de iones hidrógeno de una disolución acuosa. Por razones prácticas se define una manera experimental. Es necesario calibrar el instrumento periódicamente, especialmente si se requiere de precisión en las lecturas. Con el instrumento calibrado determinar el pH de la solución, siempre teniendo en cuenta que desde cada lectura debe lavarse con agua destilada.
- Determinación del índice de refracción: se utilizará un refractómetro *Abbe*. Se limpia con xilol y se vierte una gota del extracto en el prisma, tomando nota de la lectura del equipo a temperatura de 20 °C.
- El tamizaje fitoquímico incluye la determinación cualitativa de metabolitos secundarios tales como: saponinas, flavonoides y aceites esenciales.

- Determinación cualitativa de saponinas: para la determinación cualitativa de saponinas presentes en el extracto de cachaza se realiza en un ensayo de cromatografía en capa fina.
- Ensayo semimicro: cromatografía en capa fina
 - Cromatografía en capa fina: diluir 0,25 mg de extracto en 10 mL de metanol al 80 % filtrar, y aplicar 25-40 µL en una cromatoplaque de silicagel 60 F254; como estándar emplear 10 µL de estándar de saponina. fase móvil: cloroformo - ácido acético - agua.
- Detección: sin tratamiento químico, dependiendo de la estructura, color morado. Reactivo o revelador: vainillina - ácido sulfúrico.
- Determinación cualitativa de flavonoides: para la determinación cualitativa de los flavonoides presentes en el extracto de cachaza se realiza en un ensayo de cromatografía en capa fina, de la siguiente manera: diluir 0,25 mg de extracto en 10 mL de metanol al 80 % filtrar, y aplicar 25-40 µL en una cromatoplaque de silicagel 60 F254; como estándar emplear 10 µL de quercetina, rutina, ácido clorogénico y ácido cafeico. fase móvil: acetato de etilo - ácido fórmico-ácido acético-agua (100:11:11:27).
- Detección: sin tratamiento químico; UV 254 nm fluorescencia, zonas azules o amarillas. UV 365 nm, dependiendo de la estructura fluorescente, amarillo, azul, verde o naranja. Reactivo de productos naturales (NP/PEG). Fluorescencia intensiva en UV-365 nm.
- Determinación cualitativa de aceites esenciales: para la determinación cualitativa de los aceites esenciales presentes en el extracto de cachaza

se realiza en un ensayo de cromatografía en capa fina, a través de un ensayo semimicro, de la siguiente manera: diluir 0,25 mg de extracto en 10 mL de metanol al 80 % filtrar, y aplicar 25-40 μ L en una cromatoplaca de silicagel 60 F254; como estándar emplear 10 μ L de estándar de mentol, cineol y anetol. Fase móvil: acetato de etilo - ácido fórmico-ácido acético - agua (100:11:11:27).

- Detección: sin tratamiento químico; dependiendo del color: morado, fusia amarillo o azul. Reactivo o revelador: anisaldehído - ácido sulfúrico.
- Determinación de contenido de cenizas: los dos tipos de cachaza de caña mixtas (quemada y no quemada) y cutícula fueron sometidos a un análisis de cenizas, el cual se llevó a cabo en el laboratorio de análisis fisicoquímicos LAFIQ, sección de Química Industrial, Centro de Investigaciones de la Facultad de Ingeniería.
- Método: utilizar una mufla, la cual tendrá una temperatura de 800 grados Celsius; tarar el crisol donde la muestra será introducida; dicha muestra es de 3 gramos por cachaza; la muestra debe llegar a calcinación, para luego determinar el porcentaje de cenizas contenido en las muestras de la siguiente manera:

$$X = \frac{\text{Peso de ceniza muestra calcinada}}{\text{Peso inicial de la muestra}} * 100$$

X = % de ceniza en la muestra

- Análisis cromatógrafo con acoplamiento en espectrometría de masas/perfil de ácidos grasos: los dos tipos de cachaza de caña denominadas cachaza

1 y cachaza 2, fueron sometidos a un análisis cromatógrafo con acoplamiento en espectrometría de masas/perfil de ácidos grasos, el cual se llevó a cabo en el departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

3.7.1. Diseño de tratamientos

Para el diseño del tratamiento y lograr generar datos para un análisis estadístico, se parte de la obtención de la muestra. La investigación tuvo como fin el evaluar el porcentaje de rendimiento de extracto lipídico entre muestras de 2 ingenios. Para los tratamientos se utilizó un diseño completamente al azar con un arreglo combinatorio, en el cual se aplicó un experimento factorial evaluando 2 especies y 3 diferentes solventes, con 3 repeticiones cada uno, resultando 3 unidades experimentales y un total de 18 tratamientos, a los cuales se les realizó un análisis de varianza con el fin de determinar el más preciso.

El tamaño de tratamiento se fijó con una relación materia/solvente, la cual depende del Soxhlet, con un tiempo de extracción para cada solvente; este se definió a través de mediciones del índice de refracción y densidad en cada ciclo. La extracción se realizó a temperatura de ebullición de cada solvente.

3.7.1.1. Procesamiento

Se procesaron los datos, de tal forma, que se presentaron en tablas de ANOVA, a modo de facilitar el análisis estadístico y la elaboración de gráficas. Tales gráficas se realizaron con las variables que se manipularon y las que se calcularon (los mensurados).

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

Se diseñaron tablas de un factor similares a la anterior para procesar información para todos tratamientos respectivos. Lo anterior se realizó con el objeto de determinar estadísticos concernientes al análisis de varianza para diseños experimentales de un factor. Luego de que se procesó la información en tablas de ANOVA de un factor, se procedió a combinar esa misma información para obtener un diseño final experimental de dos factores.

Tabla XIV. **Diseño completamente al azar con un arreglo combinatorio**

		Técnica de extracción Soxhlet										
% fracción lipídica		Solvente 1			Solvente 2			Solvente 3			Total	Media
		R1	R2	R3	R1	R2	R3	R1	R2	R3		
Cachaza	0	Y111	Y112	Y113	Y121	Y122	Y123	Y131	Y132	Y133	T1	X1
	1	Y211	Y212	Y213	Y221	Y222	Y223	Y231	Y232	Y233	T2	X2
	2	Y212	Y213	Y214	Y222	Y223	Y224	Y232	Y233	Y234	T3	X3
Total		T1			T2			T3			t..	
Media		X1			X2			X3				X.

Fuente: elaboración propia.

Para la interpretación estadística y control de calidad de los datos se utilizó el análisis de varianza (ANOVA), en el cual se estandarizaron a un 95 % de confiabilidad los cálculos del mismo análisis; en efecto, esto quiere decir que se utilizó en los cálculos un 5 % de significancia (8).

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

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

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

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

Fuente: elaboración propia.

Donde:

SST= se calcula de la siguiente forma:

$$\sum Y^2 - Y_t / n = SST$$

SSA = se calcula de la siguiente forma:

$$\sum Y^2 / K - Y_t / n = SSA$$

SSE = se calcula de la siguiente forma:

$$SST - SSA = SSE$$

Este análisis presenta el siguiente modelo: $y_{ij} = \mu + T_i + \Sigma_{ij}$

Donde:

y_{ij} = Repeticiones de las corridas a evaluar

μ = Es una constante

T_i = Comportamiento de la propiedad química a tratar

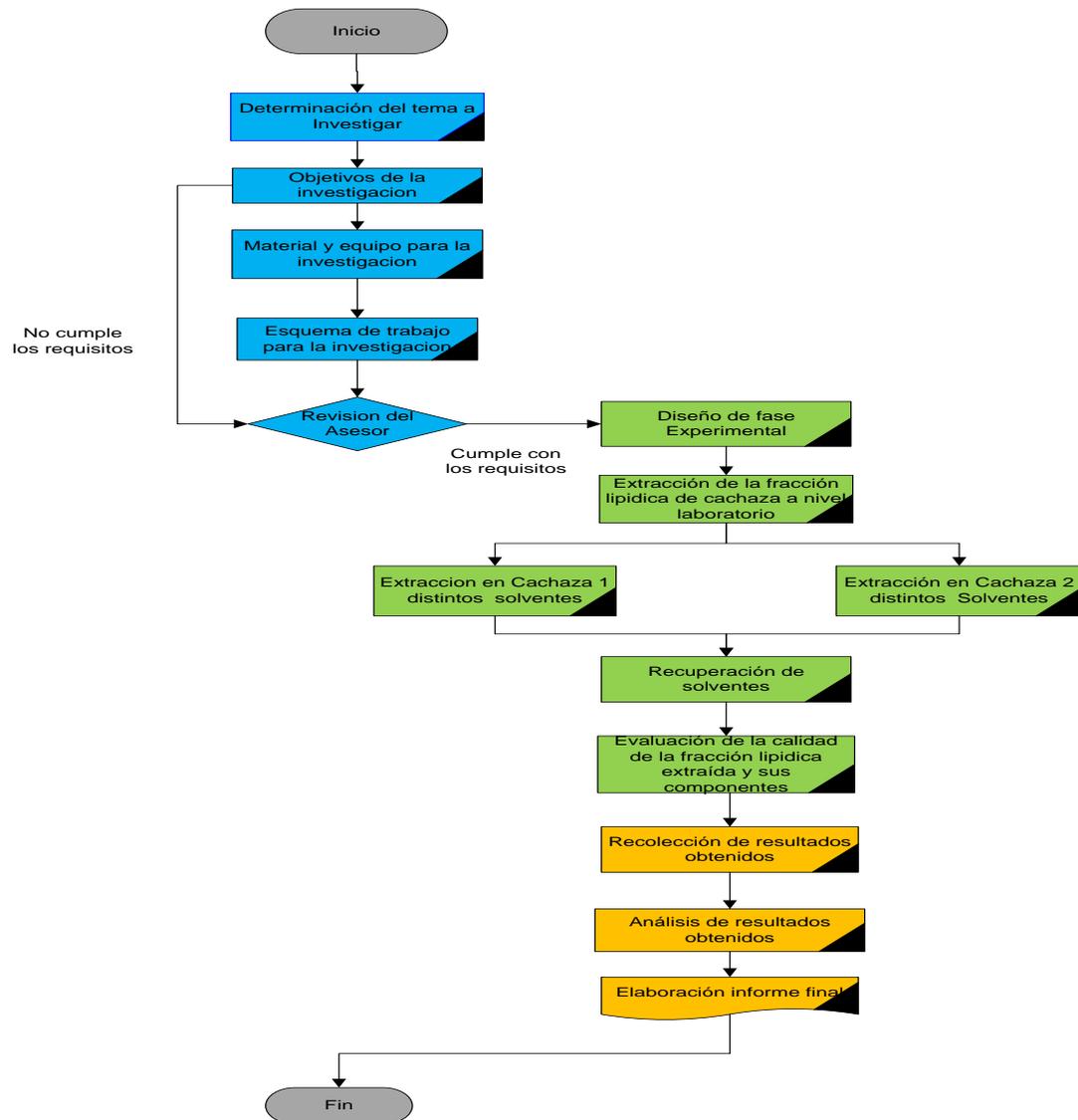
Σ_{ij} = Es un término aleatorio

3.8. Recolección y ordenamiento de la información

En el presente estudio de investigación se recolectaron y ordenaron los datos obtenidos de los rendimientos en la obtención de la fracción lipídica de cada cachaza y cutícula, así como el diseño de tratamientos para tener una evaluación estadística.

En el siguiente diagrama se desarrolla el procedimiento de trabajo experimental.

Figura 34. Diagrama de flujo del desarrollo de la investigación



Fuente: elaboración propia, empleando el programa Visio.

Tabla XVI. **Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cachaza residual del proceso de fabricación de azúcar**

Estado de la materia	Solvente	Corrida	Peso del extracto (g)
Cachaza 1	Hexano	1	0,801
		2	0,825
		3	0,698
	Metanol	1	1,507
		2	1,648
		3	1,797
	Acetato de etilo	1	0,626
		2	0,673
		3	0,665
Cachaza 2	Hexano	1	0,58
		2	0,72
		3	0,77
	Metanol	1	1,395
		2	1,656
		3	1,689
	Acetato de etilo	1	0,573
		2	0,755
		3	0,544

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. **Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cutícula de caña residual del proceso de fabricación de azúcar**

Estado de la materia	Solvente	Corrida	Peso del extracto (g)
Cutícula	Hexano	1	0,03
		2	0,02
		3	0,017
	Metanol	1	0,065
		2	0,038
		3	0,047
	Acetato de etilo	1	0,048
		2	0,018
		3	0,028

Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. **Rendimiento porcentual promedio de los extractos mediante los solventes hexano, metanol y acetato de etilo, obtenidos de la cutícula y las cachazas 1 y 2 residuales del proceso de fabricación de azúcar**

Estado de la materia	Solvente	Rendimiento (%)
Cachaza 1	Hexano	11,27
	Metanol	23,55
	Acetato de etilo	9,34
Cachaza 2	Hexano	9,83
	Metanol	23,17
	Acetato de etilo	8,91
Cutícula	Hexano	0,26
	Metanol	0,58
	Acetato de etilo	0,36

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIX. **Promedio de densidad de los extractos de cutícula y cachaza residual del proceso de fabricación de azúcar**

Estado de la materia	Solvente	Densidad promedio
Cachaza 1	Hexano	0,6645
	Metanol	0,7914
	Acetato de etilo	0,8978
Cachaza 2	Hexano	0,6610
	Metanol	0,7951
	Acetato de etilo	0,8979
Cutícula	Hexano	0,6513
	Metanol	0,7858
	Acetato de etilo	0,8971

Fuente: elaboración propia.

Tabla XX. **Promedio de índice de refracción de los extractos provenientes de la cutícula, cachaza 1 y 2**

Estado de la materia	Solvente	Promedio de Índice de refracción
Cachaza 1	Hexano	1,37
	Metanol	1,33
	Acetato de etilo	1,37
Cachaza 2	Hexano	1,37
	Metanol	1,33
	Acetato de etilo	1,37
Cutícula	Hexano	1,37
	Metanol	1,32
	Acetato de etilo	1,37

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXI. **Promedio de tiempo óptimo de extracción por solvente**

Estado de la materia	Hexano	Acetato de etilo	Metanol
Cachaza 1	157 min	68 min	104 min
Cachaza 2	178 min	77 min	124 min

Fuente: elaboración propia.

3.8.1. Plan de análisis de resultados

Se analizaron los rendimientos de extracción; así también se hizo una comparación de los componentes de la fracción lipídica de la cachaza con los resultados obtenidos directamente de la caña de azúcar después de la extracción de su jugo, pero sin ninguna otra alteración; refiriéndose a su quema en el corte y el uso de agua caliente, lo cual sucede en la etapa de molienda en los ingenios. Esto utilizando el mismo procedimiento para su extracción, comprobando si esta es afectada en el proceso o no, para luego ser utilizada en la producción de subproductos.

4. RESULTADOS

A continuación, se presentan en tablas y gráficas los resultados de los rendimientos en la obtención de la fracción lipídica de cada cachaza y cutícula de la caña de azúcar obtenida de los ingenios número 1 e ingenio número 2.

Tabla XXII. **Rendimiento de extractos a base de hexano, acetato de etilo y metanol, obtenidos de la cutícula**

Estado de la materia	Constante dieléctrica	Solvente	Corrida	Rendimiento en %	Desviación estándar
Cachaza 1	2	Hexano	1	11,98	1,29965
			2	12,06	
			3	9,77	
	33	Metanol	1	21,51	2,05013
			2	23,52	
			3	25,61	
	6	Acetato de etilo	1	8,94	0,35341
			2	9,61	
			3	9,47	
Cachaza 2	2	Hexano	1	8,21	1,44438
			2	10,28	
			3	10,99	
	33	Metano	1	21,78	1,22462
			2	23,64	
			3	24,09	
	6	Acetato de etilo	1	8,18	1,62666
			2	10,77	
			3	7,77	

Continuación de la tabla XXII.

Cutícula	2	Hexano	1	0,35	0,07937
			2	0,23	
			3	0,2	
	33	Metanol	1	0,76	0,15822
			2	0,45	
			3	0,55	
	6	Acetato de etilo	1	0,56	0,17898
			2	0,21	
			3	0,32	

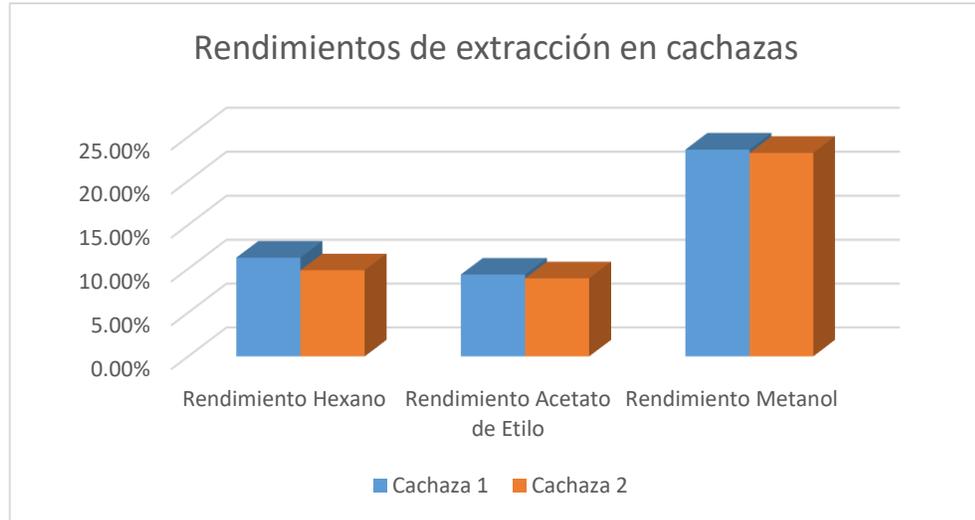
Fuente: elaboración propia.

Tabla XXIII. **Rendimiento porcentual promedio de los extractos mediante los solventes hexano, metanol y acetato de etilo, obtenidos de la cutícula y las cachazas 1 y 2 residuales del proceso del azúcar**

Estado de la materia	Solvente	Rendimiento de corridas promedio	Desviación estándar
Cachaza 1	Hexano	11,27	1,29965
	Metanol	23,55	2,05013
	Acetato de etilo	9,34	0,35341
Cachaza 2	Hexano	9,83	1,44438
	Metanol	23,17	1,22462
	Acetato de etilo	8,91	1,62666
Cutícula	Hexano	0,26	0,07937
	Metanol	0,58	0,15822
	Acetato de etilo	0,36	0,17898

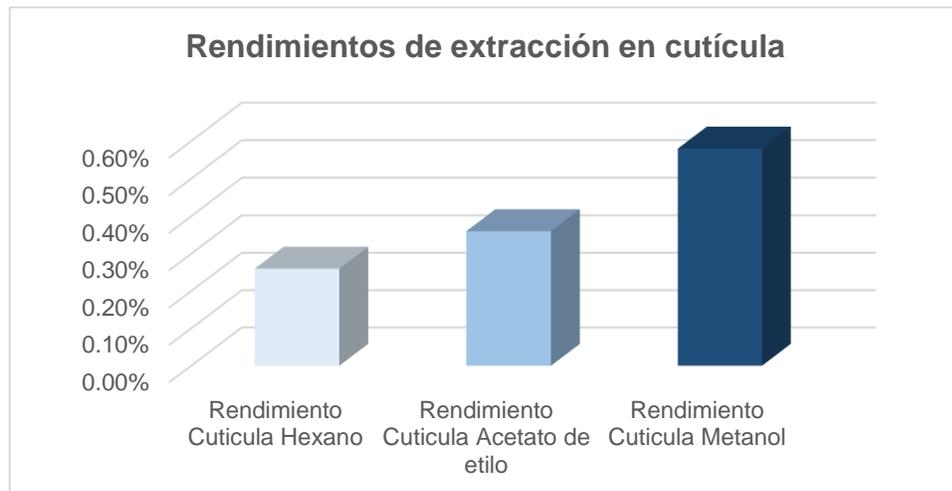
Fuente: elaboración propia.

Figura 35. **Rendimiento porcentual promedio de los extractos de cachaza en función del solvente**



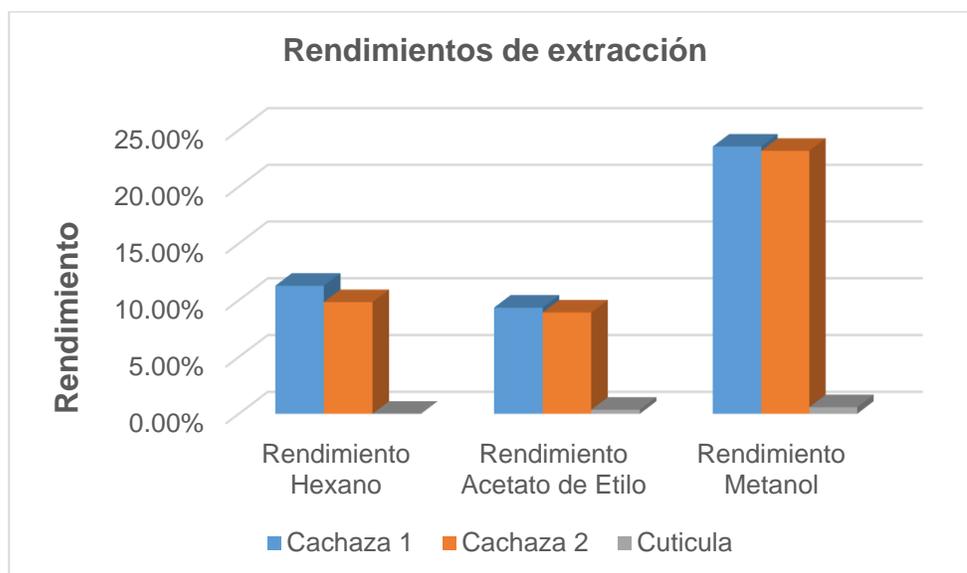
Fuente: elaboración propia.

Figura 36. **Rendimiento porcentual promedio de los extractos de cutícula en función del solvente**



Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Figura 37. **Comparación del rendimiento porcentual promedio de los extractos de cutícula y cachaza en función del solvente**



Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Tabla XXIV. **Rendimiento en peso obtenido de la fracción lipídica en ambas cachazas y cutícula a variabilidad de la fracción, en función de cada solvente**

Estado de la materia	Solvente	Corrida	Peso del extracto (g)	% recuperado (7 g)	Promedio del extracto (g)	Desviación estándar promedio
Cachaza 1	Hexano	1	0,801	11,44	0,77	0,067470981
		2	0,825	11,79		
		3	0,698	9,97		
	Metanol	1	1,507	21,53	1,65	0,14501839
		2	1,648	23,54		
		3	1,797	25,67		
	Acetato de etilo	1	0,626	8,94	0,65	0,025146239
		2	0,673	9,61		
		3	0,665	9,5		

Continuación de la tabla XXIV.

Cachaza 2	Hexano	1	0,58	8,29	0,69	0,098488578
		2	0,72	10,29		
		3	0,77	11		
	Metanol	1	1,395	19,93	1,58	0,1610621
		2	1,656	23,66		
		3	1,689	24,13		
	Acetato de etilo	1	0,573	8,19	0,62	0,114372199
		2	0,755	10,79		
		3	0,544	7,77		
Cutícula	Hexano	1	0,03	0,43	0,02	0,006806859
		2	0,02	0,29		
		3	0,017	0,24		
	Metanol	1	0,065	0,93	0,05	0,013747727
		2	0,038	0,54		
		3	0,047	0,67		
	Acetato de etilo	1	0,048	0,69	0,03	0,015275252
		2	0,018	0,26		
		3	0,028	0,4		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXV. **Cromatografía en capa fina para la determinación de saponinas en muestras de extracto de cachaza**

Fase móvil: cloroformo-ácido acético-agua			
Revelador: vainillina-ácido sulfúrico			
Muestra	Banda	Color	Rf
Cachaza 1 + metanol	No hay	-----	-----
Cachaza 2 + metanol	No hay	-----	-----
Cachaza 1 + hexano	1	Morado	0,94
Cachaza 2 + hexano	1	Morado	0,94
Cachaza 1 + acetato de etilo	1	Morado	0,93
Cachaza 2 + acetato de etilo	1	Morado	0,93
Estándar de saponinas	1	Morado	0,94

Fuente: elaboración propia, con datos experimentales (LIPRONAT).

Tabla XXVI. **Cromatografía en capa fina para la determinación de flavonoides en muestras de extracto de cachaza**

Fase móvil: acetato de etilo-ácido fórmico-ácido acético-agua (100:11:11:27)			
Revelador: NP/PEG			
Muestra	Banda	Color	Rf
Cachaza 1 + metanol	1	Naranja	0,73
	2	Naranja	0,79
	3	Azul	0,91
Cachaza 2 + etanol	No hay	-----	-----
Cachaza 1 + hexano	1	Azul	0,90
Cachaza 2 + hexano	1	Azul	0,87
Cachaza 1 + acetato de etilo	1	Azul	0,84
Cachaza 2 + acetato de etilo	1	Azul	0,84
Estándar de rutina	1	Naranja	0,61
Quercetina	1	Naranja	0,79
Estándar de ácido cafeico	1	Verde	0,93

Fuente: elaboración propia, con datos experimentales (LIPRONAT).

Tabla XXVII. **Cromatografía en capa fina para la determinación de aceites esenciales en muestras de extracto de cachaza.**

Fase móvil: tolueno – acetato de etilo (93:7)			
Revelador: anisaldehido – ácido sulfúrico			
Muestra	Banda	Color	Rf
Cachaza 1 + metanol	1	Azul	0,57
	2	Morado	0,74
	3	Fusia	0,87
Cachaza 2 + metanol	1	Azul	0,57
	2	Morado	0,71
	3	Fusia	0,86

Continuación de la tabla XXVII.

Cachaza 1 + hexano	1	Morado	0,38
	2	Morado	0,51
	3	Morado	0,62
	4	Azul	0,74
	5	Morado	0,83
	6	Fusia	0,88
Cachaza 2 + hexano	1	Morado	0,38
Cachaza 1 + acetato de etilo	1	Morado	0,38
	2	Azul	0,77
	3	Morado	0,83
Cachaza 2 + acetato de etilo	1	Morado	0,39
Estándar de mentol	1	Morado	0,58
Estándar de cineol	1	Fusia	0,84
Estándar de anetol	1	Morado	0,75

Fuente: elaboración propia, con datos experimentales (LIPRONAT).

Análisis cromatógrafo con acoplamiento en espectrometría de masas/perfil de ácidos grasos encontrados en las muestras por solvente.

Tabla XXVIII. **Lípidos detectados en ambas cachazas por hexano**

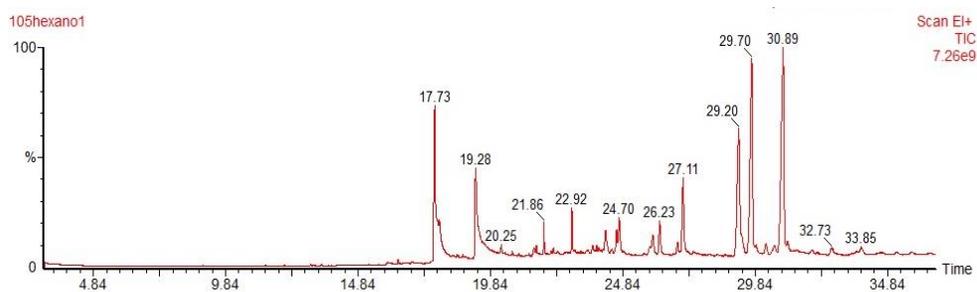
Cachaza 1 + hexano (fig.45)		Cachaza 2 + hexano (fig.46)	
Tiempo	Componentes químicos	Tiempo	Componentes químicos
17,73	Acido n-hexadecanoico C16:0	17,73	Ácido n-hexadecanoico C16:0
19,28	Acido 9,12-octadecadienoico C18:2	19,25	Ácido 9,12-octadecadienoico C18:2
29,2	Campesterol	29,11	Campesterol

Continuación de la tabla XXVIII.

29,7	Stigmasterol	29,6	Stigmasterol
30,89	a-Sitosterol	30,78	a-Sitosterol

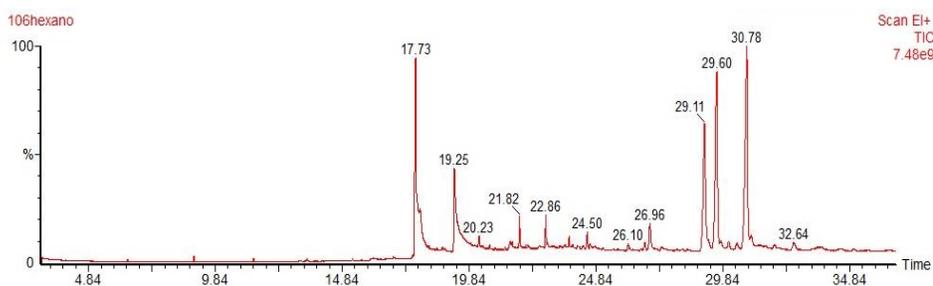
Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 38. **Cromatograma hexano con cachaza 1**



Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 39. **Cromatograma de hexano con cachaza 2**



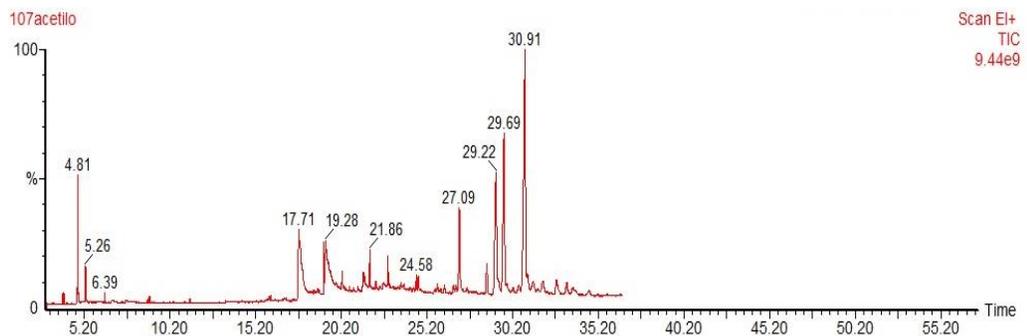
Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Tabla XXIX. **Lípidos detectados en ambas cachazas por acetato de etilo**

Acetato de etilo 1 (fig. 47)		Acetato de etilo 2 (fig. 48)	
Tiempo	Componentes químicos	Tiempo	Componentes químicos
4,81	D-limonene	17,81	Acido n-hexadecanoico C16:0
27,09	1-Heptacosanol C27:0	19,31	9,12-Octadecadienoic acid C18:2
29,22	Campesterol	29,24	Campesterol
29,69	Stigmasterol	29,77	Stigmasterol
30,91	α -Sitosterol	30,99	α -Sitosterol

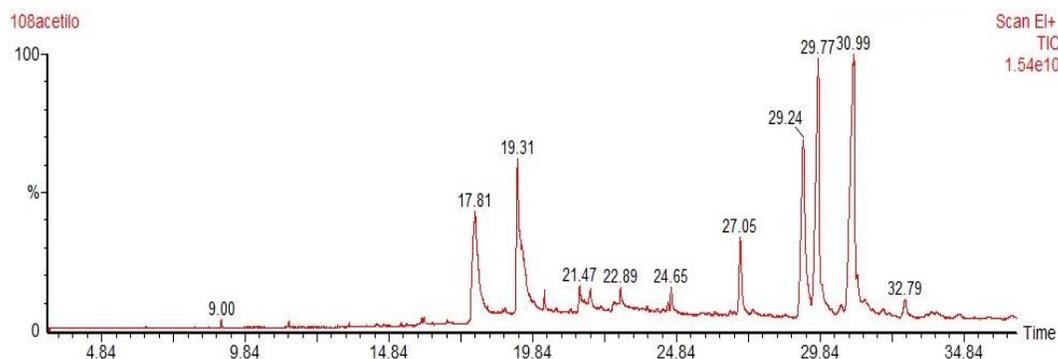
Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 40. **Cromatograma de acetato de etilo con cachaza 1**



Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 41. **Cromatograma de acetato de etilo con cachaza 2**



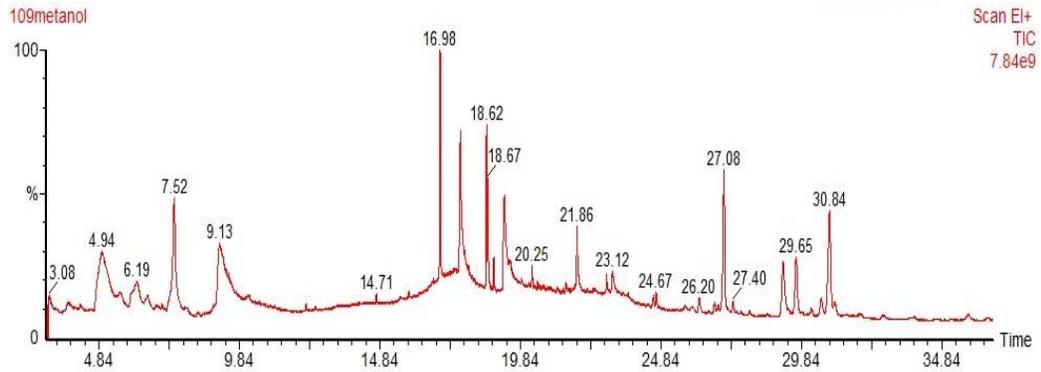
Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Tabla XXX. **Lípidos detectados en ambas cachazas por metanol**

Cachaza 1 + metanol (fig. 49)		Cachaza 2 + metanol (fig. 50)	
Tiempo	Componentes químicos	Tiempo	Componentes químicos
7.52	4h-pyran-4-one, 2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-		
16.98	Ester metílico del ácido hexadecanoico. C16:0	17,73	Ácido n-hexadecanoico C16:0
18.62	Ester metílico del ácido 9,12 octadecanoico C18:2	19,27	Z,Z-3-13-Octadecadien-1-ol. C18:2
18.67	Ester metílico del ácido 9 octadecanoico. C18:1	21,82	10-chloro-1-decanol
27.08	1-Heptacosanol		

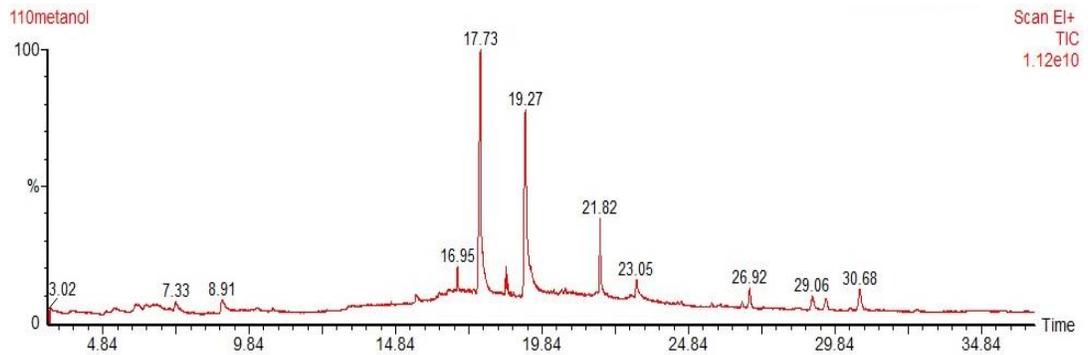
Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 42. **Cromatograma de metanol con cachaza 1**



Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Figura 43. **Cromatograma de metanol con cachaza 2**



Fuente: elaboración propia, con datos experimentales, Departamento de Toxicología de la Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia de la Universidad de San Carlos de Guatemala.

Tabla XXXI. **Comparación de la fracción lipídica obtenida a partir de la cachaza, con la fracción lipídica obtenida de la cutícula de la caña de azúcar molida y tiempos promedio de extracción**

Estado de la materia	Solvente	Corrida	Promedio del extracto (g)	Tiempo promedio de extracción
Cachaza 1	Hexano	1	0,77	157 min
		2		
		3		
	Metanol	1	1,65	104 min
		2		
		3		
	Acetato de etilo	1	0,65	68 min
		2		
		3		
Cutícula	Hexano	1	0,02	-
		2		
		3		
	Metanol	1	0,05	-
		2		
		3		
	Acetato de etilo	1	0,03	-
		2		
		3		
Cachaza 2	Hexano	1	0,69	178 min
		2		
		3		
	Metanol	1	1,58	124 min
		2		
		3		
	Acetato de etilo	1	0,62	77 min
		2		
		3		

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXII. **Resultado estadístico de comparar la fracción lipídica obtenida a partir de la cachaza, con la fracción lipídica obtenida de la cutícula de la caña de azúcar molida**

F.V	SC	GI	CM	F	Valor de p
Modelo	7,94	6	1,32	23,83	0,0001
Estado de la materia	5,55	2	2,77	49,91	0,0001
Solvente	2,4	2	1,2	21,58	0,0001
Error	1,11	20	0,06		
Total	9,05	26			

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIII. **Resumen de la comparación de estado de la materia**

Estado de la materia	Media	Grupo tukey
Cachaza 1	1,02	A
Cachaza 2	0,96	A
Cutícula	0,3	B

Fuente: elaboración propia.

Tabla XXXIV. **Resumen de la comparación entre solventes**

Solvente	Media	Grupo tukey
Metano	1,09	A
Hexano	0,49	B
Acetato de etilo	0,43	B

Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Este estudio basado en extracción lipídica utilizó como materia prima cachazas provenientes de 2 ingenios: la cachaza 1, recogida del ingenio número 1, proviene de alrededor de 80 % de caña no quemada en su corte; se trata de una cachaza mixta; la cachaza 2 fue recolectada del ingenio número 2, originada de alrededor del 80 % de caña quemada en su corte.

Dichas cachazas fueron sometidas a un secado cercano, llegando a un aproximado del 5 % de humedad; también se les realizó un análisis gravimétrico, el cual determinó el tamaño de partícula óptimo para el proceso de extracción Soxhlet, cuyos tamices oscilan entre 20 y 40, originando un tamaño de partícula de entre 850 a 425 micrones. Ambos análisis se describen en el área de apéndices. La humedad y tamaño fueron seleccionados debido al método de extracción utilizado.

Se procedió a realizar un análisis de cenizas, para con esto obtener un dato que indique cuánta materia inorgánica existe después de calcinar la materia orgánica, dando como resultado un 23 % para ambas cachazas; esto indica la presencia de sales, minerales y un 1,3 % para la cutícula.

A nivel laboratorio, utilizando solventes con distinta constante dieléctrica (hexano, acetato de etilo y metanol) se obtuvo la fracción lipídica extractable de cachazas provenientes del proceso de obtención de azúcar, así como de la cutícula de caña a través de la técnica Soxhlet, teniendo su peso en gramos en cada extracción y en cada corrida, para lo que se establecieron rendimientos que demuestran el comportamiento óptimo de cada materia prima.

Para determinar la cantidad de ciclos necesarios de extracción para cada solvente se monitorearon variables como índice de refracción, sólidos disueltos totales y densidad. Dando como resultado óptimo para el solvente hexano en cachaza 1 y 2 de 26 a 30 ciclos. Para el solvente acetato de etilo en cachaza 1 y 2, un total de 22 ciclos y para el solvente metanol 16 ciclos de extracción. Esto indica que a mayor constante dieléctrica posea el solvente, menos ciclos son necesarios para realizar la extracción de la fracción lipídica.

Este comportamiento se ve reflejado en el comportamiento de los sólidos extractables e índices de refracción, ya que muestran un cambio durante los ciclos óptimos de extracción; al continuar con la extracción, se obtienen cantidades mínimas de dichos sólidos disueltos totales, comparadas con las cantidades óptimas; al igual que el índice de refracción, el cual se ve afectado de la misma manera, da pie a que la extracción al llegar al mismo índice de refracción que el inicial, está concluido, y que la materia prima ha sido agotada.

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

En las gráficas de comportamiento de extracción por solvente y por materia prima, se puede observar que dicho comportamiento en la cachaza presenta una clara extracción de fracción lipídica al variar considerablemente sus variables monitoreables tales como la densidad, índice de refracción, entre otras. Pero al analizar de igual manera el comportamiento de la cutícula de caña con cada solvente, puede observarse que su comportamiento no fue significativo o variable.

Para la densidad se observan cambios en el cuarto decimal, en 2 o 3 ciclos; después de eso se ve un comportamiento de solvente puro para el índice de refracción; en la cutícula se observó que no sufrió ningún cambio durante toda la extracción con los tres solventes y en el monitoreo de sólidos disueltos totales se pudo apreciar un mínimo cambio durante 1 o 2 ciclos, para luego perderse por completo.

Esto indica que la fracción lipídica extractable de la cutícula de caña es prácticamente 0, como fue demostrado en los rendimientos de extractos obtenidos después de la fase Soxhlet.

5.1. Rendimientos

Para determinar los rendimientos de extracción de fracción lipídica se procedió a pesar los extractos de cada repetición por solvente, dando como resultado el menor rendimiento en ambas cachazas para el acetato de etilo con un 9,34 % y 8,91 % para cada cachaza 1 y 2, respectivamente; el hexano con 11,27 % y 9,83 %; el metanol resultó ser el solvente con mayor rendimiento y mayor constante dieléctrica de 23,55 % y 23,17 %, respectivamente. Los solventes con menores pero cercanas constantes dieléctricas mostraron un rendimiento bastante similar, también demostraron que no importa si la cachaza es proveniente de caña quemada o no quemada, y que su rendimiento no fue demasiado variable de acuerdo con eso.

Como testigo se utilizó la cutícula, ya que podría contener la mayor parte de fracción lipídica en esta zona, pero su rendimiento de extracción con los tres solventes fue menor al 1 %; con esto demuestra que la fracción lipídica considerable no se encuentra en la cutícula de caña y por esto no se procedió a tomarle un análisis o estudio extra.

5.2. Perfil de ácidos

De acuerdo con el análisis realizado a la fracción lipídica obtenida de las cachaza mediante un perfil de ácidos grasos, se pudo determinar que el solvente hexano extrajo los mismos componentes en ambas cachazas, dando como resultado que no importa si es siembra quemada o no quemada, el solvente hexano de baja constante dieléctrica extraerá los mismos componentes presentes en ambas cachazas; puede afirmarse lo mismo del solvente acetato de etilo, ya que de igual manera muestra en su extracción los mismos componentes por cada cachaza.

Para el solvente metanol se observó que, a pesar de tener el rendimiento más alto en la extracción de fracción lipídica en comparación con los otros 2 solventes, su selectividad es mala ya que no muestra los mismos componentes extraídos entre las cachazas 1 y 2; esto se debe a su alta constante dieléctrica o bien al corte de caña, el cual pudo afectar de alguna manera a la extracción en selectividad con constante dieléctrica alta. También puede observarse que en las extracciones de hexano y acetato de etilo se logró extraer en los primeros minutos el grupo de ácidos grasos, y más adelante se logró la extracción del grupo de esteroides.

5.3. Tamizaje

De acuerdo con el tamizaje fitoquímico para la identificación de metabolitos secundarios se utilizó una cromatografía en capa fina para determinar la presencia de saponinas en las muestras de cachaza. Las muestras que contienen metanol no muestran saponinas, a diferencia de las muestras de hexano y acetato de etilo, las cuales coinciden con el estándar de saponinas; lo que indica que dichas muestras presentan saponinas.

En la prueba de determinación de flavonoides las muestras presentaron bandas características de dichos compuestos; la muestra de metanol-cachaza 1, banda 2 (cromatografía mostrada en área de apéndice) coincide con el estándar de quercetina empleado, así como la banda de las dos muestras de acetato de etilo coinciden también con el estándar de quercetina; de las demás muestras, ninguna de las marcas coincide con los estándares empleados, lo que indica que los flavonoides presentes en las muestras son distintos. La identificación de flavonoides coincide con lo reportado, ya que dicha especie es rica en flavonoides de diferente tipo.

También se demostró que todas las muestras presentan aceites esenciales. La muestra de metanol-cachaza 1 en la banda 2 (cromatografía mostrada en área de apéndice) coincide con el estándar de anetol; la muestra de metanol-cachaza 2 en la banda 3 y la banda 2 de la muestra de hexano-cachaza 1, coinciden con el estándar de cineol; sin embargo, al presentar todas las muestras de bandas, puede verse la presencia de aceites diferentes a los estándares utilizados.

5.4. Monitoreo de extracciones

Los monitoreos demostraron que la extracción con el solvente metanol es muy efectiva, puesto que la máxima densidad de extracción se obtuvo en el primer ciclo de la misma. Por otra parte, con el solvente hexano demostró ser la menos efectiva debido a que su máxima densidad de extracción ocurrió en el ciclo número 16 y el solvente acetato de etilo demostró un comportamiento en medio de los otros solventes, ya que su máxima densidad de extracción ocurrió en el ciclo 8. Este comportamiento se vio reflejado en los tres factores de monitoreo, los cuales fueron: densidad, índice de refracción y sólidos extractables, confirmando que su comportamiento se debe a la constante dieléctrica de cada solvente.

Ya que el metanol posee una constante dieléctrica mayor tuvo una extracción mucho más efectiva; por otro lado, el hexano, el cual posee una constante dieléctrica baja, tuvo la extracción menos efectiva en todos los monitoreos realizados. En los gráficos (anexos) se pueden apreciar las zonas delimitadas por líneas que indican los ciclos en los cuales fueron efectivas las extracciones de acuerdo con su factor de monitoreo.

CONCLUSIONES

1. Existe diferencia significativa en el porcentaje de rendimiento de extracción en función del solvente utilizado por constante dieléctrica al realizar el ensayo.
2. No existe diferencia significativa en el porcentaje de rendimiento de extracción en función del tipo de cachaza utilizada al realizar el ensayo, empleando el mismo solvente.
3. Existe diferencia significativa en el porcentaje de rendimiento de extracción lipídica por solvente y materia prima, al utilizar el testigo (cutícula) y las cachazas durante el ensayo.
4. Se obtuvo el perfil de ácidos grasos y el tamizaje fisicoquímico de las distintas extracciones de fracción lipídica, las cuales identificaron aceites volátiles, saponinas, flavonoides, esteroides, ácidos grasos saturados y terpenos en cada una de las extracciones de las cachazas 1 y 2 utilizadas.
5. En función del análisis gráfico se determinó que el comportamiento de las propiedades fisicoquímicas como índice de refracción, sólidos disueltos totales y la densidad, se ven afectadas significativamente por el tipo de solvente utilizado.
6. No existe fracción lipídica significativa en el testigo (cutícula) para compararla con la obtenida en las cachazas.

7. No existe diferencia significativa respecto de los resultados de extracción de fracción lipídica en función de la cachaza utilizada y empleando el mismo solvente.
8. El mayor porcentaje de extracción de fracción lipídica en materia prima se obtiene utilizando metanol (solvente con mayor constante dieléctrica), como solvente en la extracción.
9. Al utilizar los dos solventes con constantes dieléctricas menores (hexano y acetato de etilo), se obtuvo un porcentaje de extracción de fracción lipídica menor respecto de las extracciones lipídicas realizadas con el solvente de mayor constante dieléctrica (metanol), pero bastante cercano entre ellos, al igual que sus constantes dieléctricas (2 y 6).
10. Se determinó que para el porcentaje de rotaevaporación, la fracción extractable y la densidad de la fracción lipídica que se obtiene de la cachaza, sí se ve afectada significativamente en función del solvente utilizado.
11. Se obtuvieron distintos tiempos de extracción para cada solvente, siendo el más rápido en extraer la totalidad de la fracción lipídica el acetato de etilo en el proceso de rotaevaporación, dejando al hexano como el más lento para obtener toda la fracción lipídica posible, siendo identificados los tiempos mediante la medición de densidades por ciclo de extracción.

RECOMENDACIONES

1. Se deberá establecer aplicaciones de la fracción lipídica extraída a partir de la cachaza.
2. Se deberá realizar un estudio de factibilidad económica para determinar en qué forma ha de realizarse la extracción de la fracción lipídica y si es rentable dicho proceso.
3. Utilizar solventes con mayores constantes dieléctricas para mejorar el rendimiento de extracción en la cachaza.
4. Utilizar otro tamaño de partícula y humedad para verificar si es una variable que afecte la extracción y así economizar costos en el secado y molienda dependiendo del método que se utilizara para la extracción.
5. Recolectar la materia agotada y verificar si aún posee nutrientes para ser utilizada como abono en la siembra de caña de azúcar.

BIBLIOGRAFÍA

1. BIDLINGMEYER, Brian. A. *Practical HPLC methodology and applications*. New York: John Wiley and Sons, Inc. 1992. 135 p.
2. CALDERÓN, Eduardo. *Obtención del extracto colorante acuoso, a partir de los rechazos de exportación de la producción nacional de dos variedades de pitahaya, a nivel planta piloto*. Guatemala: FODECYT 13-99. 2001. 80 p.
3. Cengicaña. *El cultivo de la caña de azúcar en Guatemala*. Guatemala: Artemis & Edinter, 2014. 526 p.
4. COLOCHO TRIGUEROS, Salvador Enrique; GUZMÁN ORTEGA, Juan Manuel. *Impacto de las impurezas sobre el coeficiente de solubilidad de la sacarosa y pureza objetivo en el proceso de recobrado de azúcar de caña*. Trabajo de graduación de Ingeniería Química, Universidad de El Salvador, Escuela de Ingeniería Química e Ingeniería de Alimentos, 2018. 134 p.
5. DE LEÓN HERNÁNDEZ, Edgar Gamaliel. *Evaluación del rendimiento de aceite esencial de laurel (*Litsea guatemalensis*) en función de la altitud sobre el nivel del mar a la cual creció la planta y el tamaño de partícula a destilar por el método de destilación por arrastre con vapor de agua*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2001. 130 p.

6. GEANKOPLIS, Christine. *Procesos de transporte y operaciones unitarias*. 3a ed. México, D. F.: CECSA, 1998. 1 024 p.
7. GUERRERO GUTIÉRREZ, Edward Mario. *Lixiviación parametrizada y caracterización fisicoquímica a nivel laboratorio del extracto colorante de la corteza del quebranco (*Lysiloma auritum* (Schltd) Benth) proveniente de Jocotán, Chiquimula*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2008. 170 p.
8. LAIDLER, Keith. *Fisicoquímica*. México: CECSA, 1997. ISBN: 968 444 316 1. 1027 p.
9. LOCK, Olga. *Colorantes naturales*. Perú: Pontificia Universidad Católica del Perú, Fondo Editorial, 1997. ISBN: 9972-42-093-0. 279 p.
10. MACARULLA M., José; GOÑI M., Félix. *Biomoléculas*. Editorial Reverté, S. A., 1993. 200 p.
11. MÁRQUEZ GONZÁLEZ, Ehosbel; García, Yisser. *Colorantes naturales de origen vegetal*, Revista ciencia y tecnología. La Habana: Instituto de Investigaciones para la Industria Alimenticia. 2007. 74 p.
12. MONTGOMERY, Douglas. *Control estadístico de la calidad*. 3a ed. México: Limusa Wiley, 2007. 686 p.
13. MONTENEGRO FRANCO, Claudia Beatriz. *Estudio experimental de la operación unitaria de separación sólido-líquido a nivel laboratorio, mediante la evaluación de diversos parámetros de interacción*

influyentes y de respuesta. Trabajo de graduación de Ing. Química. Guatemala, Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2009. 213 p.

14. PERRY, Robert H. *Manual del Ingeniero Químico*. 6a ed. México: McGraw-Hill, 2001. 720 p.
15. SOBERANIS IBÁÑEZ, Adrián Antonio. *Evaluación de propiedades fisicoquímicas de la oleoresina de cardamomo (*Elletteria cardamomum*, L. Matton) obtenida a nivel laboratorio, utilizando dos métodos de lixiviación a tres diferentes temperaturas*. Trabajo de graduación de Ing. Química. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería, 2009. 203 p.
16. SPENCER, George; MEADE, G. P. *Manual del azúcar de caña*. 9a ed. Barcelona: Departamento Técnico de Montaner y Simón S. A. 1967. 940 p.
17. SOLÍS, Pablo N. et al. *Manual de caracterización y análisis de drogas vegetales y productos fitoterapéuticos*. Guatemala: Proyecto OEA/AICD/AE-089/03. 2009. 136 p.
18. Textos científicos. *Cromatografía en capa fina*. [en línea]. <<http://www.textoscientificos.com/quimica/cromatografia/capa-fina>>. [Consulta: junio de 2019].
19. TREYBAL, Robert. *Operaciones de transferencia de masa*. 2a ed. México: McGraw-Hill, 1988. 865 p.

APÉNDICES

Apéndice 1. **Monitoreo de extracciones**

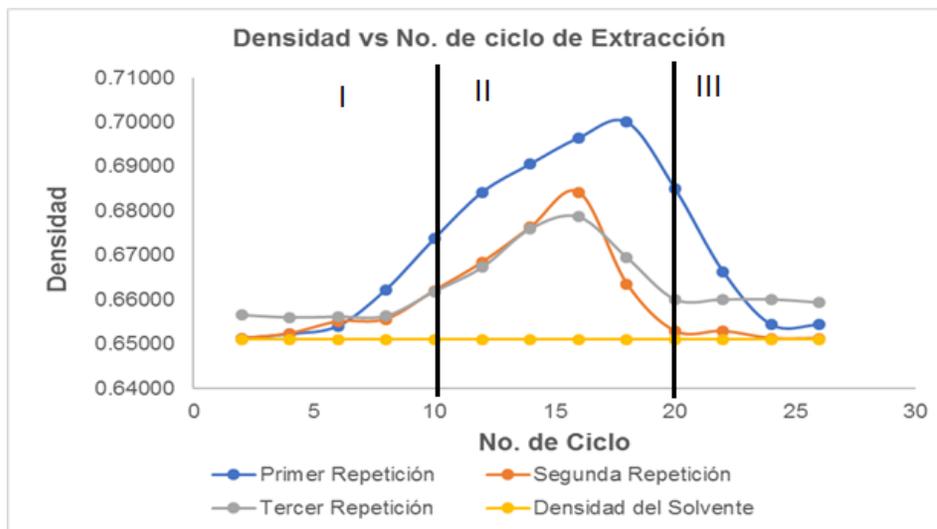
Cachaza 1: proveniente del ingenio número 1
Cachaza 2: proveniente del ingenio número 2

Apéndice 1.1. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	0,65125	0,65125	0,65647	0,65299
4	0,65222	0,63684	0,65591	0,65349
6	0,65400	0,64620	0,65608	0,65503
8	0,66222	0,65556	0,65625	0,65801
10	0,67368	0,66199	0,66176	0,66581
12	0,68421	0,66842	0,66727	0,67330
14	0,69059	0,67632	0,67600	0,68097
16	0,69647	0,68421	0,67867	0,68645
18	0,70000	0,66353	0,66947	0,67767
20	0,68500	0,64286	0,66000	0,66595
22	0,66625	0,64643	0,66000	0,65970
24	0,65432	0,65000	0,66000	0,65519
26	0,65432	0,64687	0,65929	0,65495

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.2. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano para la cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



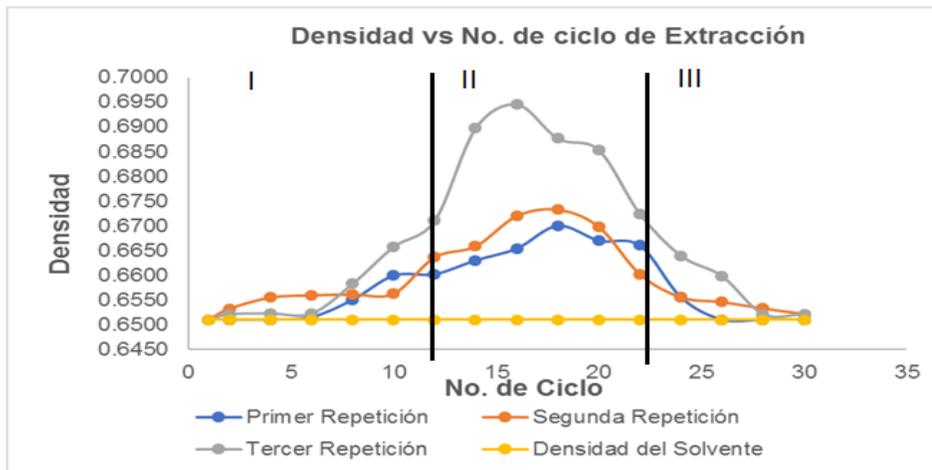
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.3. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,6510	0,6510	0,6510	0,6510
2	0,6510	0,65320	0,65210	0,6521
4	0,6510	0,65547	0,65222	0,6529
6	0,6515	0,65591	0,65223	0,6532
8	0,6550	0,65608	0,65823	0,6564
10	0,6599	0,65625	0,66572	0,6606
12	0,6602	0,66364	0,67102	0,6650
14	0,6630	0,66587	0,68976	0,6729
16	0,6654	0,67201	0,69458	0,6773
18	0,6700	0,67328	0,68765	0,6770
20	0,6670	0,66980	0,68530	0,6740
22	0,6660	0,66020	0,67239	0,6662
24	0,6555	0,65550	0,66390	0,6583
26	0,6510	0,65454	0,65981	0,6551
28	0,6510	0,65325	0,65210	0,6521
30	0,6510	0,65210	0,65210	0,6517

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.4. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano para la cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



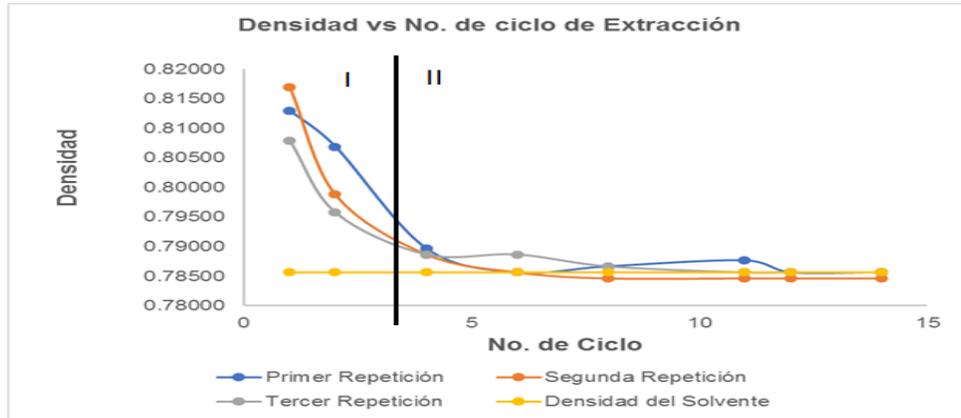
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.5. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,81294	0,81699	0,80789	0,81261
2	0,80688	0,79879	0,79575	0,80047
4	0,78969	0,78868	0,78868	0,78901
6	0,78564	0,78564	0,78868	0,78665
8	0,78665	0,78463	0,78665	0,78598
11	0,78766	0,78463	0,78564	0,78598
12	0,78564	0,78463	0,78564	0,78531
14	0,78564	0,78463	0,78564	0,78531

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.6. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando metanol para la cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



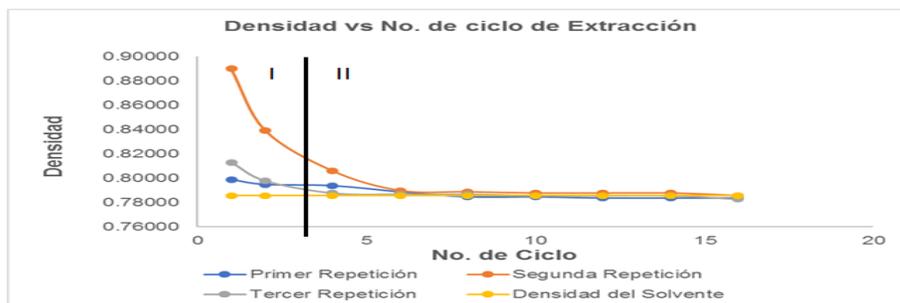
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.7. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,79879	0,88979	0,81294	0,83384
2	0,79474	0,83923	0,79778	0,81058
4	0,79373	0,80586	0,78766	0,79575
6	0,78868	0,78969	0,78665	0,78834
8	0,78463	0,78868	0,78665	0,78665
10	0,78463	0,78766	0,78564	0,78598
12	0,78362	0,78766	0,78564	0,78564
14	0,78362	0,78766	0,78564	0,78564
16	0,78362	0,78564	0,78261	0,78396

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.8. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción utilizando metanol para la cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



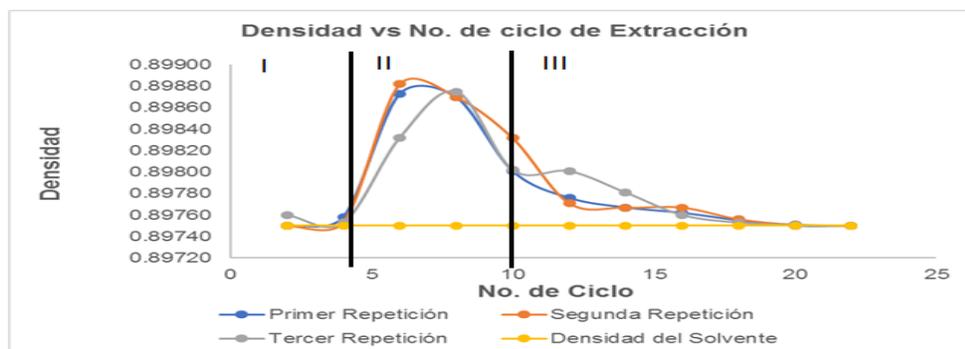
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.9. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	0,89750	0,89750	0,89760	0,89753
4	0,89758	0,89753	0,89753	0,89755
6	0,89873	0,89882	0,89832	0,89862
8	0,89870	0,89870	0,89875	0,89872
10	0,89801	0,89832	0,89802	0,89812
12	0,89776	0,89771	0,89801	0,89783
14	0,89767	0,89767	0,89781	0,89772
16	0,89762	0,89767	0,89760	0,89763
18	0,89755	0,89756	0,89753	0,89755
20	0,89750	0,89751	0,89751	0,89751
22	0,89750	0,89750	0,89750	0,89750

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.10. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo para la cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



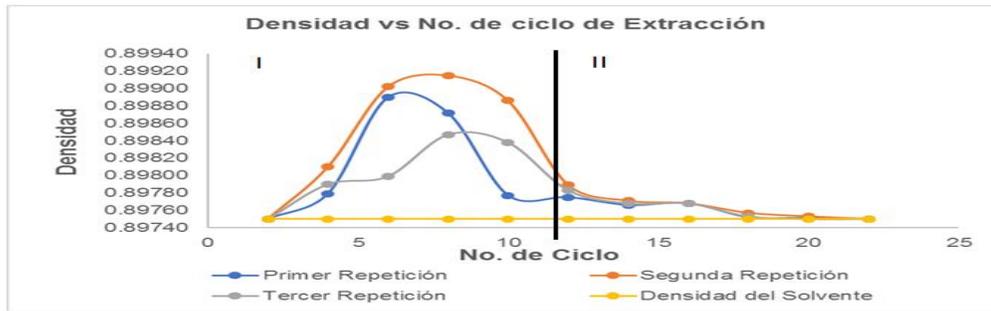
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.11. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción utilizando acetato de etilo en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	0,89750	0,89750	0,89750	0,89750
4	0,89779	0,89810	0,89790	0,89793
6	0,89890	0,89902	0,89799	0,89864
8	0,89872	0,89915	0,89847	0,89878
10	0,89777	0,89886	0,89838	0,89834
12	0,89775	0,89789	0,89783	0,89782
14	0,89766	0,89771	0,89768	0,89768
16	0,89768	0,89768	0,89768	0,89768
18	0,89752	0,89757	0,89753	0,89754
20	0,89751	0,89753	0,89750	0,89751
22	0,89750	0,89750	0,89750	0,89750

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.12. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo para la cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



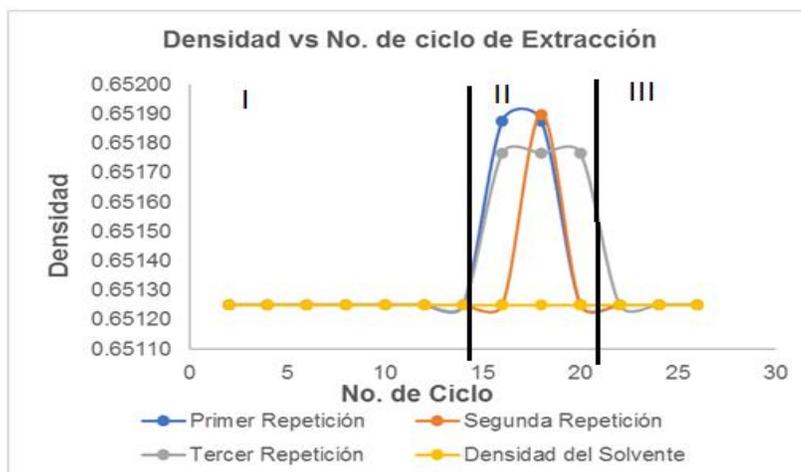
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.13. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
4	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
6	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
8	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
10	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
12	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
14	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
16	0,65188	0,65125	0,65176	0,65163
18	0,65188	0,65190	0,65176	0,65185
20	0,65125	0,65125	0,65176	0,65142
22	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
24	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125
26	0,65125	0,65125	0,65125	0,65125

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.14. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



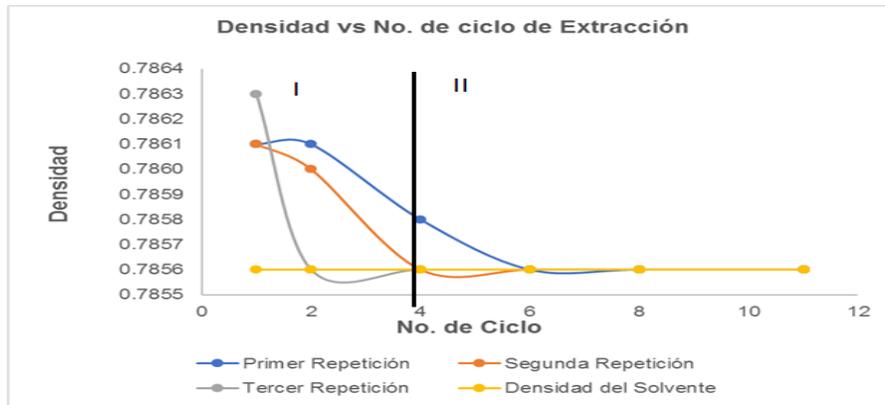
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.15. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,7861	0,7861	0,7863	0,7862
2	0,7861	0,7860	0,7856	0,7859
4	0,7858	0,7856	0,7856	0,7857
6	0,7856	0,7856	0,7856	0,7856
8	0,7856	0,7856	0,7856	0,7856
11	0,7856	0,7856	0,7856	0,7856

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.16. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



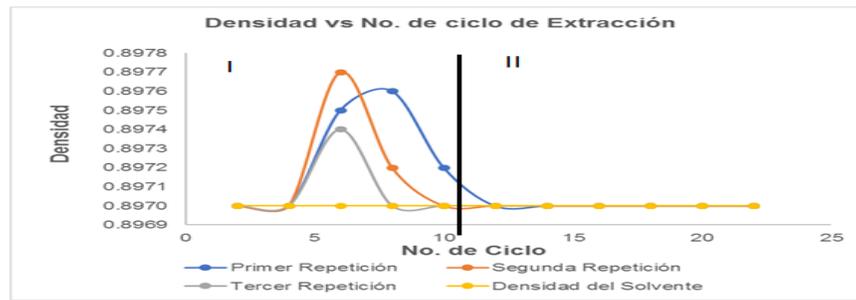
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.17. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
4	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
6	0,8975	0,8977	0,8974	0,8975
8	0,8976	0,8972	0,8970	0,8973
10	0,8972	0,8970	0,8970	0,8971
12	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
14	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
16	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
18	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
20	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970
22	0,8970	0,8970	0,8970	0,8970

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.18. **Monitoreo de la densidad en cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



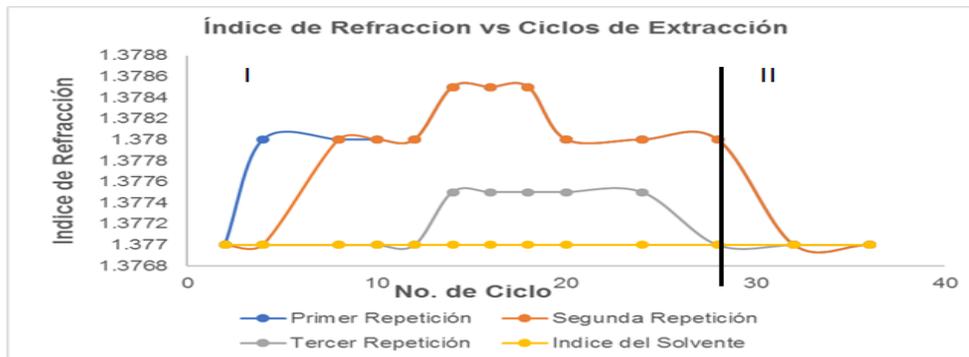
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.19. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	1,377	1,377	1,377	1,3770
4	1,378	1,377	1,377	1,3773
8	1,378	1,378	1,377	1,3777
10	1,378	1,378	1,377	1,3777
12	1,378	1,378	1,377	1,3777
14	1,3785	1,3785	1,3775	1,3782
16	1,3785	1,3785	1,3775	1,3782
18	1,3785	1,3785	1,3775	1,3782
20	1,378	1,378	1,3775	1,3778
24	1,378	1,378	1,3775	1,3778
28	1,378	1,378	1,337	1,3777
32	1,377	1,377	1,337	1,3770
36	1,377	1,377	1,377	1,3770

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.20. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



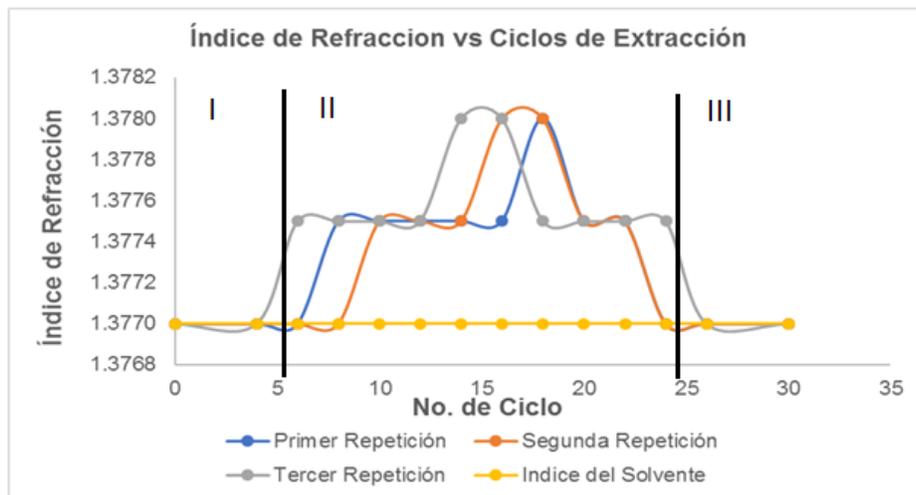
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.21. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	1,3770	1,3770	1,3770	1,3770
4	1,3770	1,3770	1,3770	1,3770
6	1,3770	1,3770	1,3775	1,3772
8	1,3775	1,3770	1,3775	1,3773
10	1,3775	1,3775	1,3775	1,3775
12	1,3775	1,3775	1,3775	1,3775
14	1,3775	1,3775	1,3780	1,3777
16	1,3775	1,3780	1,3780	1,3778
18	1,3780	1,3780	1,3775	1,3778
20	1,3775	1,3775	1,3775	1,3775
22	1,3775	1,3775	1,3775	1,3775
24	1,3770	1,3770	1,3775	1,3772
26	1,3770	1,3770	1,3770	1,3770
30	1,3770	1,3770	1,3770	1,3770

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.22. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



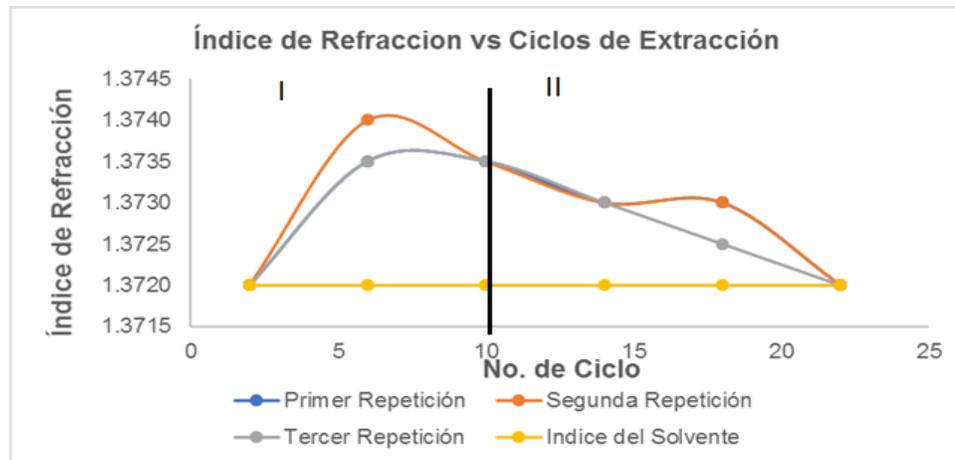
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.23. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
6	1,3735	1,3740	1,3735	1,3737
10	1,3735	1,3735	1,3735	1,3735
14	1,3730	1,3730	1,3730	1,3730
18	1,3730	1,3730	1,3725	1,3728
22	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.24. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



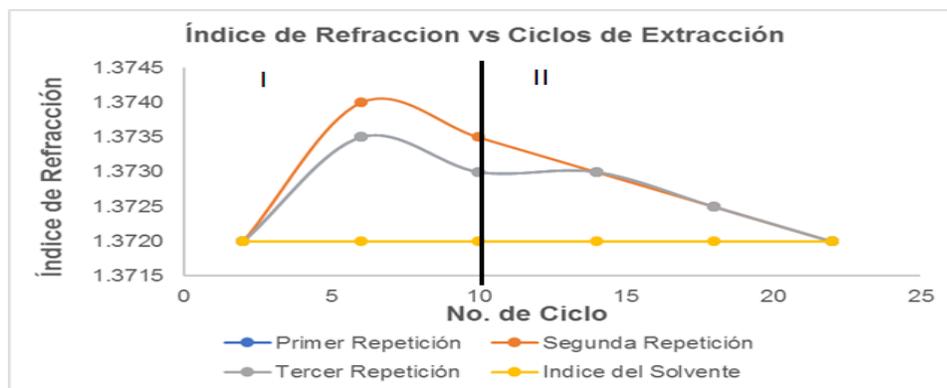
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.25. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
6	1,3735	1,3740	1,3735	1,3737
10	1,3730	1,3735	1,3730	1,3732
14	1,3730	1,3730	1,3730	1,3730
18	1,3725	1,3725	1,3725	1,3725
22	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.26. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



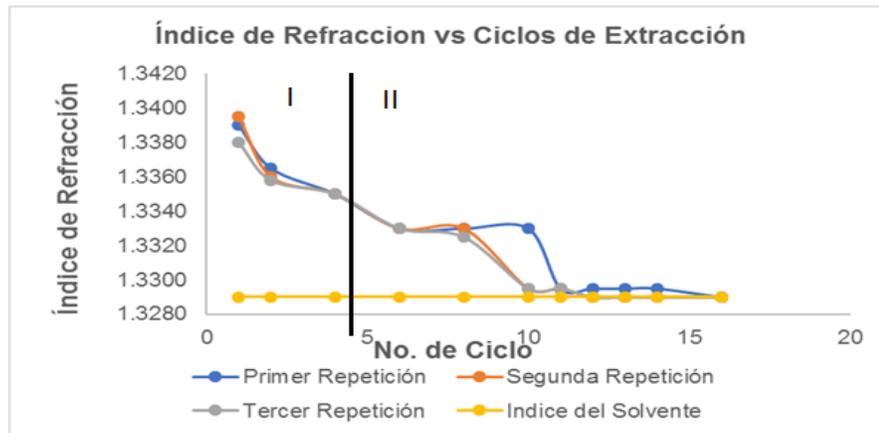
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.27. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	1,3390	1,3395	1,3380	1,3388
2	1,3365	1,3360	1,3358	1,3361
4	1,3350	1,3350	1,3350	1,3350
6	1,3330	1,3330	1,3330	1,3330
8	1,3330	1,3330	1,3325	1,3328
10	1,3330	1,3295	1,3295	1,3307
11	1,3295	1,3295	1,3295	1,3295
12	1,3295	1,3290	1,3290	1,3292
13	1,3295	1,3290	1,3290	1,3292
14	1,3295	1,3290	1,3290	1,3292
16	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.28. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



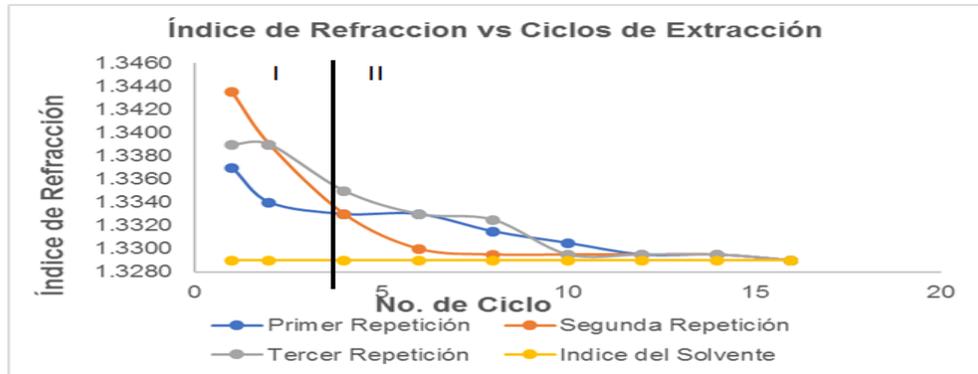
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.29. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción utilizando metanol en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	1,3370	1,3435	1,3390	1,3398
2	1,3340	1,3390	1,3390	1,3373
4	1,3330	1,3330	1,3350	1,3337
6	1,3330	1,3300	1,3330	1,3320
8	1,3315	1,3295	1,3325	1,3312
10	1,3305	1,3295	1,3295	1,3298
12	1,3295	1,3295	1,3295	1,3295
14	1,3295	1,3295	1,3295	1,3295
16	1,329	1,3290	1,3290	1,3290

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.30. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



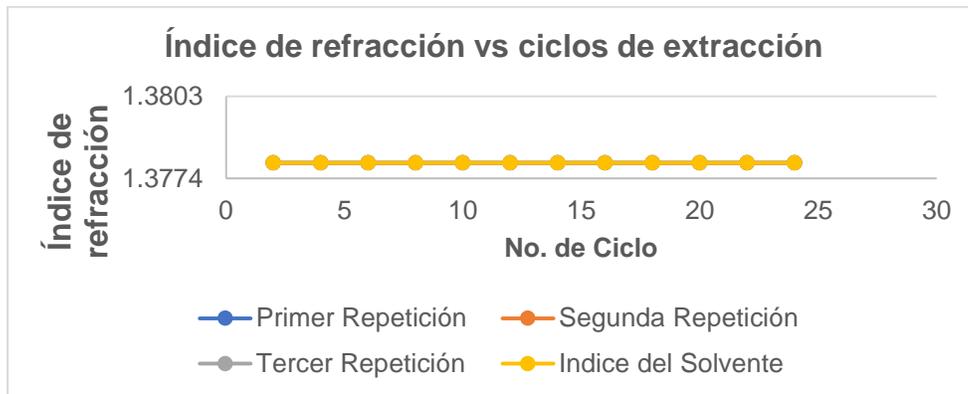
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.31. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
2	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
4	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
6	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
8	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
10	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
12	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
14	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
16	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
18	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
20	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
22	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780
24	1,3780	1,3780	1,3780	1,3780

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.32. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



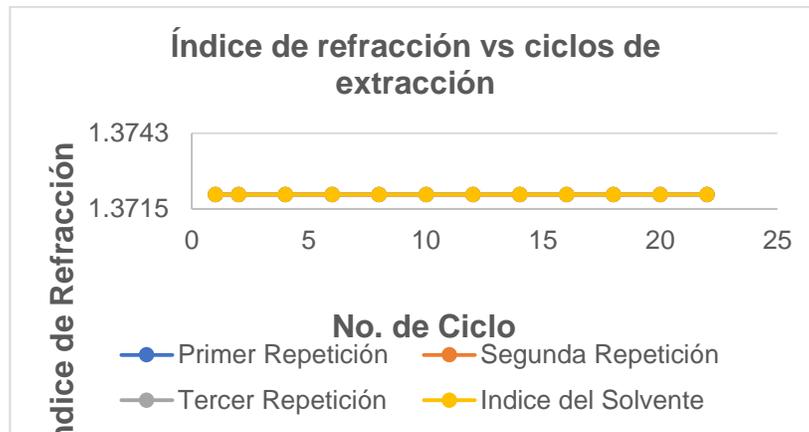
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.33. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
2	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
4	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
6	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
8	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
10	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
12	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
14	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
16	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
18	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
20	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720
22	1,3720	1,3720	1,3720	1,3720

Fuente: elaboración propia, 2018.

Apéndice 1.34. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



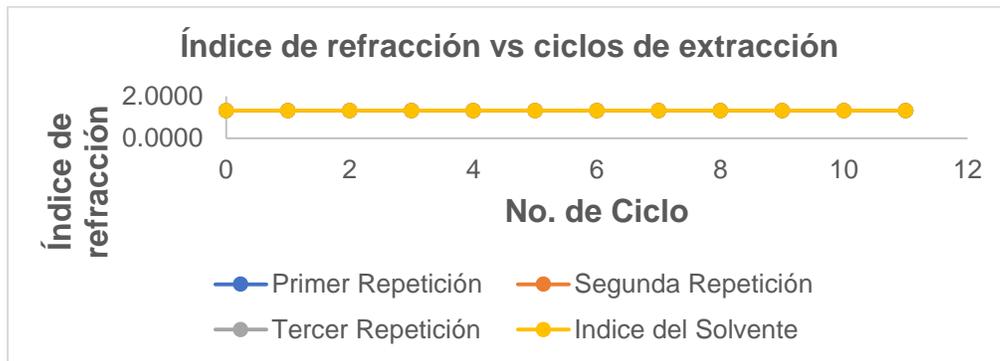
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.35. **Monitoreo de índices de refracción en ciclos de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
1	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
2	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
3	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
4	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
5	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
6	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
7	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
8	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
9	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
10	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290
11	1,3290	1,3290	1,3290	1,3290

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.36. **Monitoreo del índice de la refracción cada ciclo de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



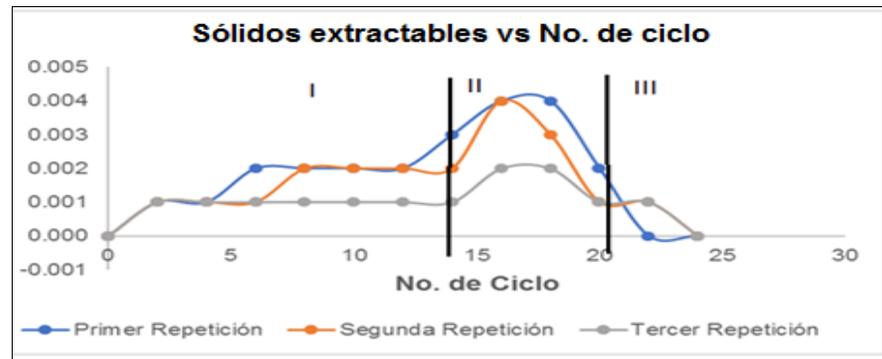
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.37. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,001	0,001	0,001	0,001
4	0,001	0,001	0,001	0,001
6	0,002	0,001	0,001	0,001
8	0,002	0,002	0,001	0,002
10	0,002	0,002	0,001	0,002
12	0,002	0,002	0,001	0,002
14	0,003	0,002	0,001	0,002
16	0,004	0,004	0,002	0,003
18	0,004	0,003	0,002	0,003
20	0,002	0,001	0,001	0,001
22	0,000	0,001	0,001	0,001
24	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.38. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



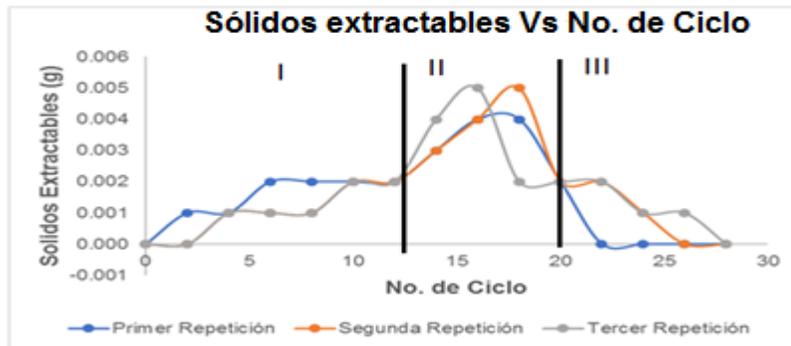
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.39. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,001	0,000	0,000	0,000
4	0,001	0,001	0,001	0,001
6	0,002	0,001	0,001	0,001
8	0,002	0,001	0,001	0,001
10	0,002	0,002	0,002	0,002
12	0,002	0,002	0,002	0,002
14	0,003	0,003	0,004	0,003
16	0,004	0,004	0,005	0,004
18	0,004	0,005	0,002	0,004
20	0,002	0,002	0,002	0,002
22	0,000	0,002	0,002	0,001
24	0,000	0,001	0,001	0,001
26	0,000	0,000	0,001	0,000
28	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.40. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



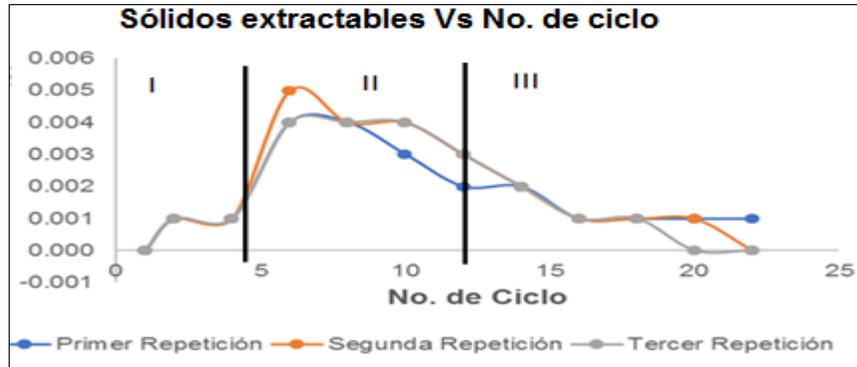
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.41. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,001	0,001	0,001	0,001
4	0,001	0,001	0,001	0,001
6	0,004	0,005	0,004	0,004
8	0,004	0,004	0,004	0,004
10	0,003	0,004	0,004	0,004
12	0,002	0,003	0,003	0,003
14	0,002	0,002	0,002	0,002
16	0,001	0,001	0,001	0,001
18	0,001	0,001	0,001	0,001
20	0,001	0,001	0,000	0,001
22	0,001	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.42. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



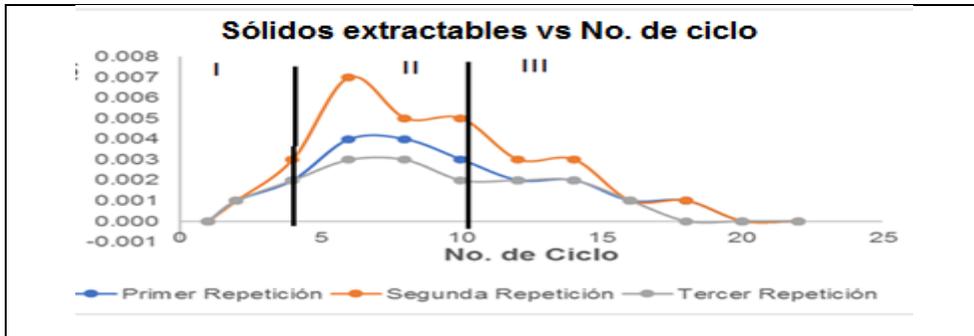
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.43. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,001	0,001	0,001	0,001
4	0,002	0,003	0,002	0,002
6	0,004	0,007	0,003	0,005
8	0,004	0,005	0,003	0,004
10	0,003	0,005	0,002	0,003
12	0,002	0,003	0,002	0,002
14	0,002	0,003	0,002	0,002
16	0,001	0,001	0,001	0,001
18	0,001	0,001	0,000	0,001
20	0,000	0,000	0,000	0,000
22	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.44. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



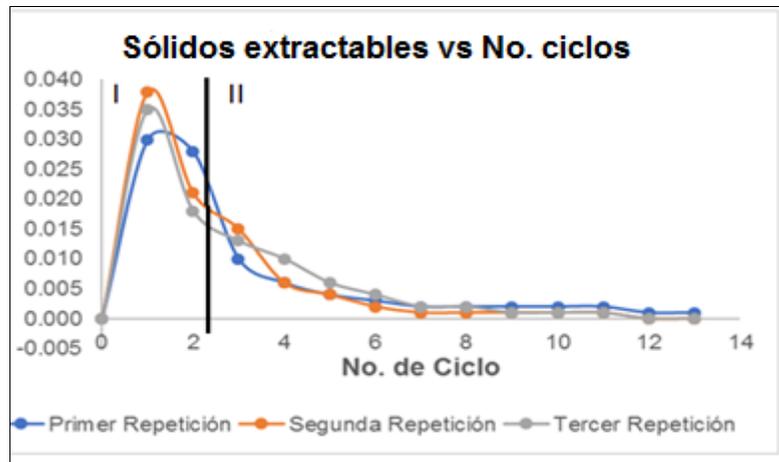
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.45. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,03	0,038	0,035	0,034
2	0,028	0,021	0,018	0,022
3	0,01	0,015	0,013	0,013
4	0,006	0,006	0,01	0,007
5	0,004	0,004	0,006	0,005
6	0,003	0,002	0,004	0,003
7	0,002	0,001	0,002	0,002
8	0,002	0,001	0,002	0,002
9	0,002	0,001	0,001	0,001
10	0,002	0,001	0,001	0,001
11	0,002	0,001	0,001	0,001
12	0,001	0,000	0,000	0,000
13	0,001	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.46. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 1 en las 3 repeticiones**



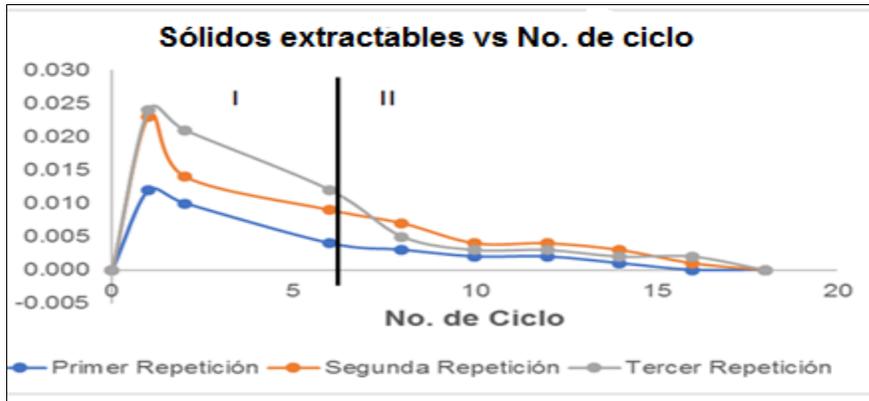
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.47. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,012	0,023	0,024	0,020
2	0,01	0,014	0,021	0,015
6	0,004	0,009	0,012	0,008
8	0,003	0,007	0,005	0,005
10	0,002	0,004	0,003	0,003
12	0,002	0,004	0,003	0,003
14	0,001	0,003	0,002	0,002
16	0,000	0,001	0,002	0,001
18	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.49. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cachaza No. 2 en las 3 repeticiones**



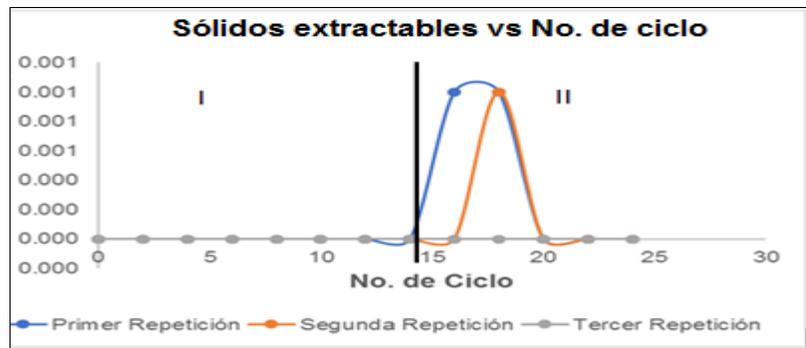
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.50. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000
4	0,000	0,000	0,000	0,000
6	0,000	0,000	0,000	0,000
8	0,000	0,000	0,000	0,000
10	0,000	0,000	0,000	0,000
12	0,000	0,000	0,000	0,000
14	0,000	0,000	0,000	0,000
16	0,001	0,000	0,000	0,000
18	0,001	0,001	0,000	0,001
20	0,000	0,000	0,000	0,000
22	0,000	0,000	0,000	0,000
24	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.51. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando hexano en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



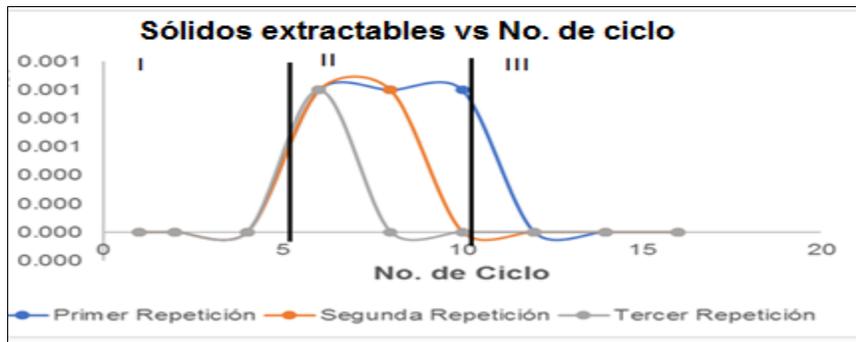
Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 1.52. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
1	0,000	0,000	0,000	0,000
2	0,000	0,000	0,000	0,000
4	0,000	0,000	0,000	0,000
6	0,001	0,001	0,001	0,001
8	0,001	0,001	0,000	0,001
10	0,001	0,000	0,000	0,000
12	0,000	0,000	0,000	0,000
14	0,000	0,000	0,000	0,000
16	0,000	0,000	0,000	0,000
18	0,000	0,000	0,000	0,000
20	0,000	0,000	0,000	0,000
22	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.53. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando acetato de etilo en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



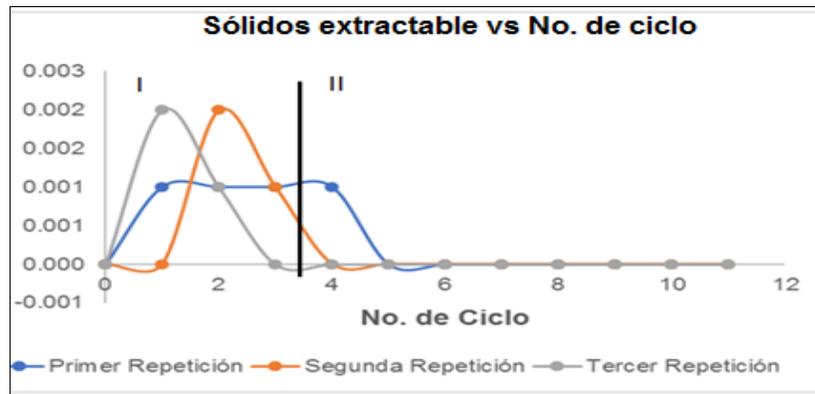
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.54. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**

No. de ciclo	Primera repetición	Segunda repetición	Tercera repetición	Promedio
0	0,000	0,000	0,000	0,000
1	0,001	0,000	0,002	0,001
2	0,001	0,002	0,001	0,001
3	0,001	0,001	0,000	0,001
4	0,001	0,000	0,000	0,000
5	0,000	0,000	0,000	0,000
6	0,000	0,000	0,000	0,000
7	0,000	0,000	0,000	0,000
8	0,000	0,000	0,000	0,000
9	0,000	0,000	0,000	0,000
10	0,000	0,000	0,000	0,000
11	0,000	0,000	0,000	0,000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 1.55. **Monitoreo de sólidos extractables en ciclos de extracción, utilizando metanol en cutícula de caña en las 3 repeticiones**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. **Análisis estadístico**

Apéndice 2a. **Análisis de varianza del rendimiento de extracción, obtenidos de la cachaza 1**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	356,27	2	178,14	88,82	3.49E-05	5,14
Error	12,03	6	2.01			
Total	368,3	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2b. **Análisis de varianza del rendimiento de extracción, obtenidos de la cachaza 2**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	382,33	2	191,17	92,03	3,15E-05	5,14
Error	12,46	6	2,08			
Total	394,8	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2c. **Análisis de varianza del rendimiento de extracción, obtenidos de la cutícula**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamiento	0,17	2	0,09	4,06	0,08	5,14
Error	0,13	6	0,02			
Total	0,3	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2d. **Análisis de varianza la densidad de extracción, obtenidos de la cachaza 1**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	0,08	2	0,04	2045,81	3,14E-09	5,14
Error	0	6	0			
Total	0,08	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2e. **Análisis de varianza la densidad de extracción, obtenidos de la cachaza 2**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	0,09	2	0.04	772,53	5,79E-08	5,14
Error	0	6	5,53E-05			
Total	0,09	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2f. **Análisis de varianza la densidad de extracción, obtenidos de la cutícula**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Entre grupos	0,0845	2	0,042	38,673,411	0,000373067	5,14
Dentro de los grupos	0,006	6	0,001			
Total	0,0911	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2g. **Análisis de varianza de índice de refracción de extracción, obtenidos de la cachaza 1**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Entre grupos	0,0083	2	0,0041	962,7137	3,22E-18	3,59
Dentro de los grupos	7,33E-05	17	4,31E-06			
Total	0,0084	19				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2h. **Análisis de varianza de índice de refracción de extracción, obtenidos de la cachaza 2**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Entre grupos	0,0093	2	0,0047	6422,75	3,38E-25	3,59
Dentro de los grupos	1,24E-05	17	7,27E-07			
Total	0,0093	19				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2i. **Análisis de varianza de índice de refracción de extracción, obtenidos de la cutícula**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Entre grupos	0,0101	2	0,005	171387,3	3,04E-39	3,55
Dentro de los grupos	5,29E-07	18	2,94E-08			
Total	0,0101	20				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2j. **Análisis de varianza para densidad, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente metanol**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	2,48E-05	1	2,48E-05	0,4599	0,534883491	7,7086
Error	0,00022	4	5,39E-05			
Total	0,00024	5				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2k. **Análisis de varianza para densidad, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente hexano**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	1,67E-05	1	1,67E-05	0,281	0,6243	7,71
Error	0,00024	4	5,94E-05			
Total	0,00025	5				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2l. **Análisis de varianza para densidad, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente acetato de etilo**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	1,67E-09	1	1,67E-09	0,2	0,677868829	7,708647
Error	3,33E-08	4	8,33E-09			
Total	3,50E-08	5				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2m. **Análisis de varianza para rendimiento, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente acetato de etilo**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	153,873689	2	76,9368444	82,33138	4,35E-05	5,1432528
Error	5,60686667	6	0,93447778			
Total	159,480556	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2m. **Análisis de varianza para rendimiento, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente hexano**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	214,824422	2	107,412211	85,21097	3,93E-05	5,143253
Error	7,56326667	6	1,26054444			
Total	222,387689	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2n. **Análisis de varianza para rendimiento, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente metanol**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	1037,01	2	518,5	271,59	1,30E-06	5,14
Error	11,45	6	1,91			
Total	1048,46	8				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2ñ. **Análisis de varianza para índice de refracción, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente hexano**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	1,81E-06	2	9,05E-07	4,65	0,023502402	3,55
Error	3,50E-06	18	1,94E-07			
Total	5,31E-06	20				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2o. **Análisis de varianza para índice de refracción, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente acetato de etilo**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	0,0086	2	0,0043	19417,16	8,28E-28	3,63
Error	3,55E-06	16	2,22E-07			
Total	0,0086	18				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2p. **Análisis de varianza para índice de refracción, en función de comparación de tipo de cachaza, solvente metanol**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F calculada	Probabilidad	F tabulada
Tratamientos	0,0079	2	0,0039	894,97	9,61E-19	3,55
Error	7,91E-05	18	4,39E-06			
Total	0,0079	20				

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Análisis de procesos

Apéndice 3a. Análisis de humedad de cachazas denominadas 1 y 2, al inicio del proceso de secado

Tipo	Temperatura de balanza de humedad en °C	Peso de la muestra	Tiempo de secado	% de humedad inicial	% de humedad final
Cachaza 1	105	2 gramos	58 min	86,32	5,50
Cachaza 2	105	2 gramos	61 min	87,14	7,86

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3b. Análisis de humedad de cachazas denominadas 1 y 2, al final del proceso de secado

Tipo de cachaza	Temperatura de secador de bandejas en °C	Tiempo de secado (muestras completas)	Temperatura de balanza de humedad en °C	Peso de la muestra	% de humedad inicial	% de humedad final
Cachaza 1	50	110 horas	105	2 gramos	5,25	5,13
Cachaza 2	50	110 horas	105	2 gramos	7,31	7,12

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3c. **Análisis de contenido de cenizas de las cachazas 1 y 2 y de la cutícula de caña**

Muestra	Peso de muestra	Peso inicial (muestra + crisol)	Peso final (muestra + crisol)	Tara de crisol	Peso muestra calcinada	% de cenizas
Cachaza 1	3,001 g	29,089	26,802	26,088	0,714	23,79
Cachaza 2	3,000 g	29,088	26,789	26,088	0,701	23,36
Cutícula	3,001 g	29,089	26,128	26,088	0,040	1,33

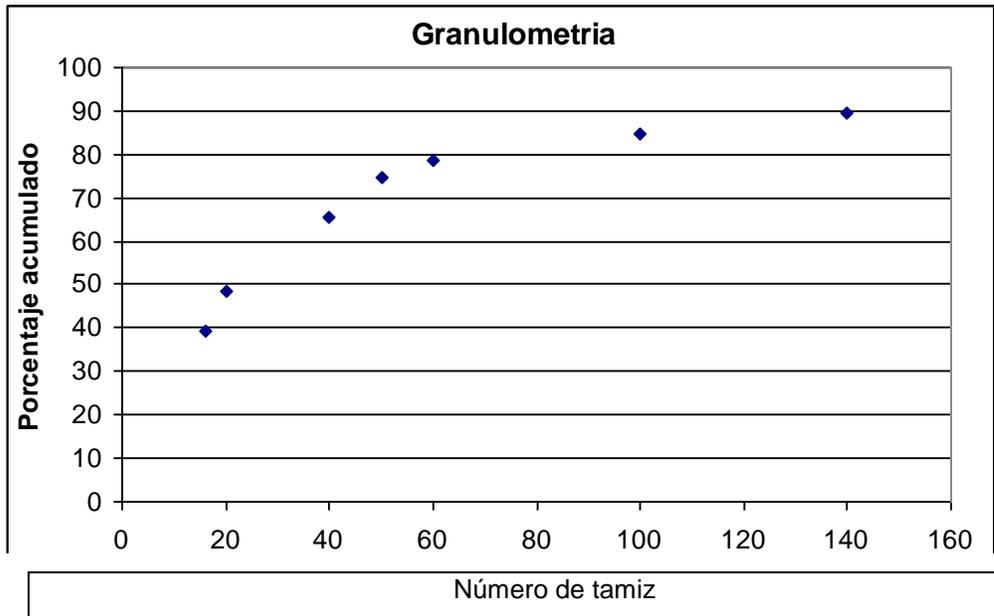
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3d. **Análisis de granulometría en las cachazas 1 y 2**

Tamiz No.	Peso gramos	Total	Porcentaje	P. acumulado
16	40,837	0,3940844	39,408444	39,408444
20	9,528	0,0919469	9,1946924	48,603136
40	17,717	0,1709723	17,097226	65,700362
50	9,39	0,0906152	9,0615199	74,761882
60	3,83	0,0369602	3,6960193	78,457901
100	6,613	0,0638166	6,3816647	84,839566
140	4,65	0,0448733	4,4873341	89,3269
Fondo	11,06	0,106731	10,6731	100
	103,625	1	100	

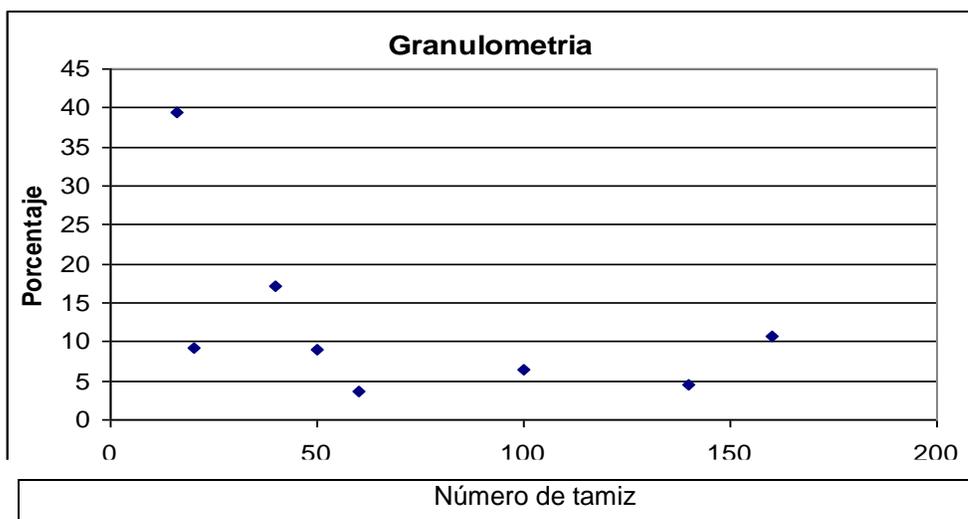
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3e. **Número de tamiz vs porcentaje acumulado de muestra**



Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

Apéndice 3f. **Número de tamiz vs porcentaje**



Fuente: elaboración propia, empleando Excel.

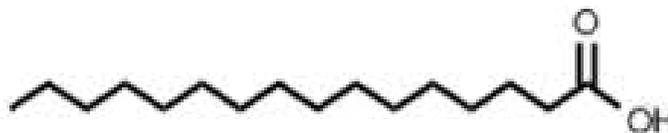
Apéndice 4. **Propiedades de lípidos encontrados en las muestras de cachaza en el perfil de ácidos grasos**

Apéndice 4a. **Ácido palmítico (n-hexadecanoic acid)**

Ácido palmítico	
Nombre IUPAC	Ácido hexanoico
Otro nombre	Ácido palmítico
Fórmula semidesarrollada	$\text{CH}_3\text{-(CH}_2\text{)}_{14}\text{-COOH}$
Fórmula molecular	$\text{C}_{16}\text{H}_{32}\text{O}_2$
Número CAS	57-10-3 ¹
Densidad	850 kg/m ³ ; 0,85 g/cm ³
Masa molar	256,4 g/mol
Punto de fusión	336 °K (63 °C)
Punto de ebullición	624 °K (351°C)

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4b. **Estructura molecular ácido palmítico**



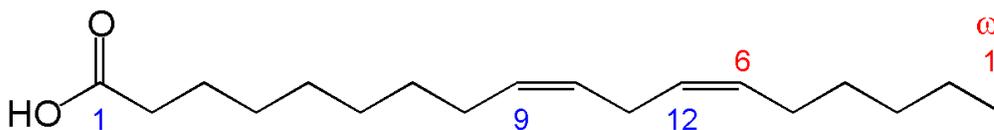
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4c. **Ácido linoleico (9, 12-octadecadienoic acid)**

Ácido linoleico	
Nombre IUPAC	(9Z, 12Z) 9,12-octadecadienoic acid
Otro nombre	Ácido linoleico
Apariencia	Aceite incoloro
Fórmula molecular	C ₁₈ H ₃₂ O ₂
Número CAS	60-33-3
Densidad	0,9 g/cm ³
Masa molar	280,45 g/mol
Punto de fusión	23 °F (-5 °C)
Punto de ebullición	446 °F (230 °C)
Solubilidad en agua	0,139 mg/L

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4d. **Estructura molecular ácido linoleico**



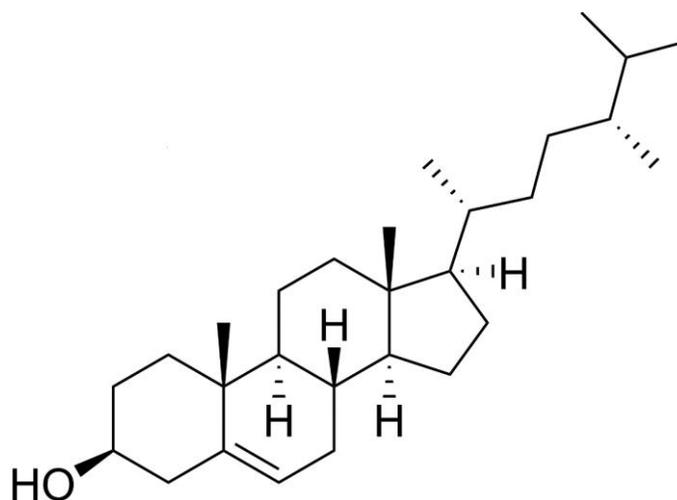
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4e. **Campesterol**

Campesterol	
Nombre IUPAC	(3 <i>S</i> ,8 <i>S</i> ,9 <i>S</i> ,10 <i>R</i> ,13 <i>R</i> ,14 <i>S</i> ,17 <i>R</i>)-17-[(2 <i>R</i> ,5 <i>R</i>)-5,6-dimethylheptan-2-yl]-10,13-dimethyl-2,3,4,7,8,9,11,12,14,15,16,17-dodecahydro-1 <i>H</i> -cyclopenta[<i>a</i>]phenanthren-3-ol
Otro nombre	(24 <i>R</i>)-Ergost-5-en-3 <i>B</i> -ol
Fórmula molecular	C ₂₈ H ₄₈ O
Número CAS	474-62-4
Masa molar	400,68 g/mol

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4f. **Estructura molecular campesterol**



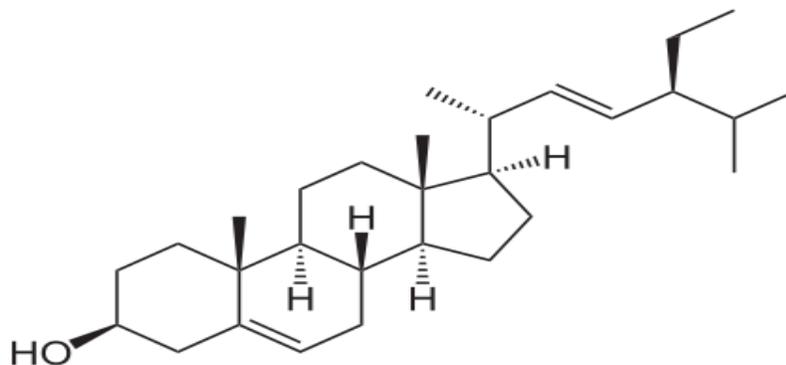
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4g. **Estigmasterol**

Estigmasterol	
Nombre IUPAC	(3 S ,8 S ,9 S ,10 R ,13 R ,14 S ,17 R)-17-[(E ,2 R ,5 S)-5-ethyl-6-methylhept-3-en-2-yl]-10,13-dimethyl-2,3,4,7,8,9,11,12,14,15,16,17-dodecahydro-1 H -cyclopenta[a]phenanthren-3-ol
Otro nombre	Stigmasterin
Apariencia	Sólido blanco
Fórmula molecular	C ₂₉ H ₄₈ O
Número CAS	83-48-7
Masa molar	412,69 g/mol
Punto de fusión	160-164 °C
Solubilidad en agua	Insoluble

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4h. **Estructura molecular estigmasterol**



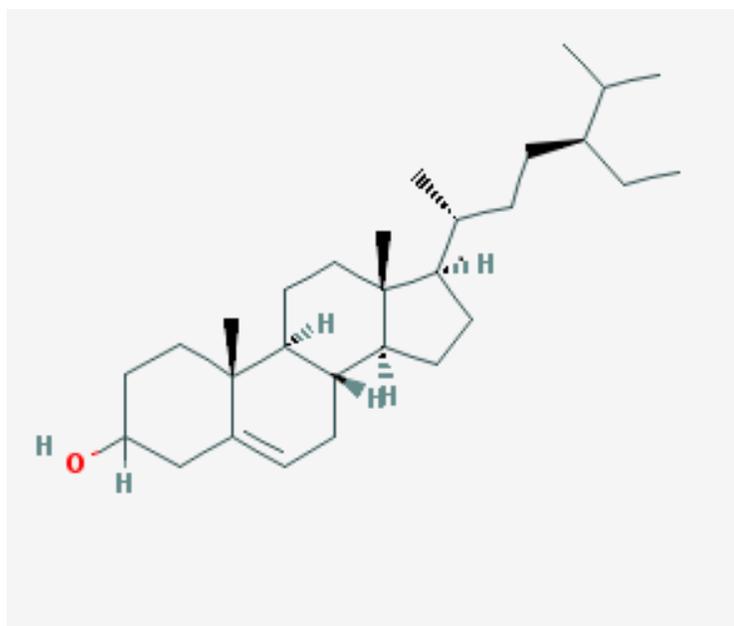
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4i. **A-Sitosterol**

A-Sitosterol	
Nombre IUPAC	(24Z)-4 α -Methyl-5 α -stigmasta-7,24(28)-dien-3 β -ol;5 α -Sitosterol; α 1-Sitosterol; α 1-Sitosterol
Fórmula molecular	C ₃₀ H ₅₀ O
Número CAS	474-40-8
Masa molar	426,7174 g/mol

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4j. **Estructura molecular A-sitosterol**



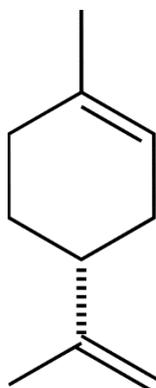
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4k. **D-Limoneno.**

D-Limoneno	
Nombre IUPAC	1-Methyl-4-(1-methylethenyl)-cyclohexene
Otro nombre	DL-limoneno; Dipenteno
Fórmula molecular	C ₁₀ H ₁₆
Número CAS	138-86-3 ¹
Densidad	0.8411 kg/m ³ ; 0,0008411 g/cm ³
Masa molar	136,23 g/mol
Punto de fusión	-74,35 K (-348 °C)
Punto de ebullición	176 K (-97 °C)

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4l. **Estructura molecular D-limoneno**



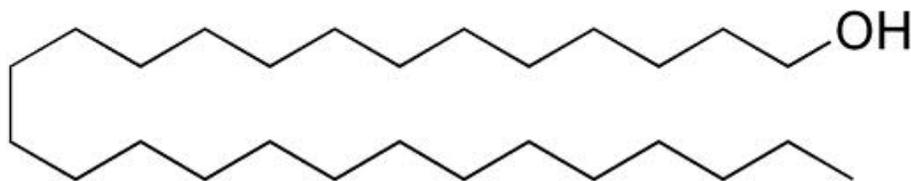
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4m. **1-Heptacosanol**

1-Heptacosanol	
Nombre IUPAC	Heptacosan-1-ol
Fórmula molecular	$C_{27}H_{56}O$
Número CAS	2004-39-9
Masa molar	396,73 g/mol

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4n. **Estructura molecular 1-heptacosanol**



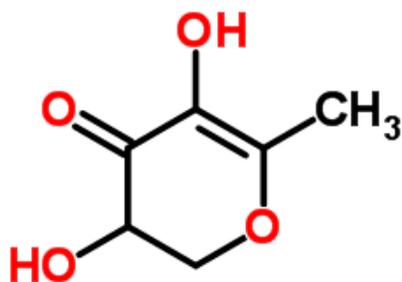
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4ñ. **4h-pyran-4-one,2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-**

4h-pyran-4-one,2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-	
Nombre IUPAC	4h-pyran-4-one,2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-
Índice de refracción	1.578
Fórmula molecular	C ₆ H ₈ O ₄
Número CAS	28564-83-2
Densidad	01,5 g/cm ³
Masa promedio	144.125 Da
Presión de vapor	0.0±1,3 mm de Hg at 25 °C
Punto de ebullición	281.1±40.0 °C at 760 mm de Hg
Entalpia de vaporización	60.3±6.0 kJ/mol
Tensión superficial	67,1±3,0 dyne/cm
Volumen molar	97,2±3,0 cm ³

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4o. **Estructura molecular 4h-pyran-4-one,2,3-dihydro-3,5-dihydroxy-6-methyl-**



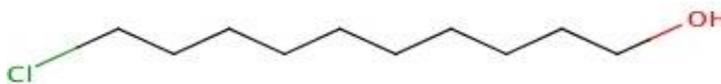
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4p. **10-Chloro-1-decanol**

10-Chloro-1-decanol	
Nombre IUPAC	10-Chlorodecan-1-ol
Estado físico	Líquido
Fórmula molecular	C ₁₀ H ₂₁ ClO
Número CAS	51309-10-5
Densidad	0,95 g/mL a 25 °C
Masa promedio	192,128093 g/mol
Sinónimo	10-Chlorodecan-1-ol
Punto de ebullición	126-128 C (lit)

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4q. **Estructura molecular 10-Chloro-1-decanol**



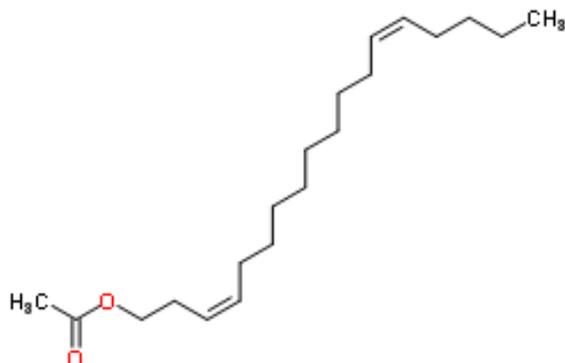
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4r. **Z,Z-3,13-Octadecadien-1-ol acetate**

Z,Z-3,13-Octadecadien-1-ol acetate	
Nombre IUPAC	Z,Z-3,13-Octadecadien-1-ol acetate
Masa monoisotópica	308.271515 Da
Fórmula molecular	C ₂₀ H ₃₆ O
ChemSpider ID	4515628

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4s. **Estructura molecular Z,Z-3,13-Octadecadien-1-ol acetate**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. Resultados tamizaje LIPRONAT



Laboratorio de Investigación de
Productos Naturales (LIPRONAT)

Análisis: Tamizaje Fitoquímico de extracto de cachaza de caña

Solicitante: Luis Alberto Trabanino López

Fecha: 20 de junio de 2014

No. L-20140501

1. Técnica:

Cromatografía en capa fina para la identificación de cada uno de los diferentes metabolitos secundarios.

2. Resultados:

2.1. Cromatografía en capa fina para la determinación de saponinas en muestras de extracto de cachaza

Fase Móvil: cloroformo – ácido acético - agua			
Revelador: Vainillina-ácido sulfúrico			
Muestra	Banda	Color	Rf
Metanol-01	No hay	-----	-----
Metanol-02	No hay	-----	-----
Hexano-01	1	Morado	0.94
Hexano-02	1	Morado	0.94
Acetato de etilo-01	1	Morado	0.93
Acetato de etilo-02	1	Morado	0.93
Estándar de saponinas	1	Morado	0.94

Fuente: Datos Experimentales

Las muestras de metanol no muestran saponinas, a diferencia de las muestras de hexano y acetato de etilo, las cuales coinciden con el estándar de saponinas; lo que indica que dichas muestras presentan saponinas.

2.2 Cromatografía en capa fina para la determinación de flavonoides en muestras de extracto de cachaza

Fase Móvil: Acetato de Etilo – ácido fórmico – ácido acético – agua (100:11:11:27)			
Revelador: NP/PEG			
Muestra	Banda	Color	Rf
Metanol-01	1	Naranja	0.73
	2	Naranja	0.79
	3	Azul	0.91
Metanol-02	No hay	-----	-----
Hexano-01	1	Azul	0.90
Hexano-02	1	Azul	0.87
Acetato de etilo-01	1	Azul	0.84
Acetato de etilo-02	1	Azul	0.84
Estándar de Rutina	1	Naranja	0.61
Quercetina	1	Naranja	0.79

Continuación de apéndice 5.

Estándar de Ácido cafeico	1	Verde	0.93
---------------------------	---	-------	------

Fuente: Datos Experimentales

Las muestras presentaron bandas características de flavonoides, la muestra de metanol-01 muestra la banda 2 coincide con el estándar de quercetina empleado, así como la banda de las dos muestras de acetato de etilo coinciden también con el estándar de quercetina; de las demás muestras, ninguna de las marcas coincide con los estándares empleados, lo que indica que los flavonoides presentes en las muestras son distintos. La identificación de flavonoides coincide con lo reportado, ya que dicha especie es rica en flavonoides de diferente tipo (Cartaya & Reynaldo, 2011).

2.3 Cromatografía en capa fina para la determinación de aceites esenciales en muestras de extracto de cachaza

Fase Móvil: Tolueno – acetato de etilo (93:7)			
Revelador: Anisaldehido – ácido sulfúrico			
Muestra	Banda	Color	Rf
Metanol-01	1	Azul	0.57
	2	Morado	0.74
	3	Fusia	0.87
Metanol-02	1	Azul	0.57
	2	Morado	0.71
	3	Fusia	0.86
Hexano-01	1	Morado	0.38
	2	Morado	0.51
	3	Morado	0.62
	4	Azul	0.74
	5	Morado	0.83
	6	Fusia	0.88
Hexano-02	1	Morado	0.38
Acetato de etilo-01	1	Morado	0.38
	2	Azul	0.77
	3	Morado	0.83
Acetato de etilo-02	1	Morado	0.39
Estándar de mentol	1	Morado	0.58
Estándar de Cineol	1	Fusia	0.84
Estándar de anetol	1	Morado	0.75

Fuente: Datos Experimentales

Todas las muestras presentan aceites esenciales. La muestra de Metanol-01 en la banda 2 coincide con el estándar de anetol, la muestra de Metanol-02 en la banda 3 y la banda 2 de la muestra de Hexano-01 coinciden con el estándar de cineol; sin embargo al presentar todas las muestras bandas indica la presencia de aceites diferentes a los estándares utilizados.

Continuación de apéndice 5.

3. Referencias Bibliográficas:

1. LIPRONAT (2013). *PROCESO ESTANDAR DE OPERACIÓN Manual de tamizaje fitoquímico*. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia. Universidad San Carlos de Guatemala. Guatemala.
2. Cartaya, O. & Reynaldo, I. (2011). Flavonoides: Características químicas y aplicaciones. Vol. 22, No. 2. La Habana, Cuba: Revista Cultivos Tropicales.

Licda. Nereida Marroquín
Auxiliar de Laboratorio

Dra. Sully Cruz
Coordinadora de LIPRONAT

Anexos

Cromatografía en Capa Fina de Identificación de Saponinas

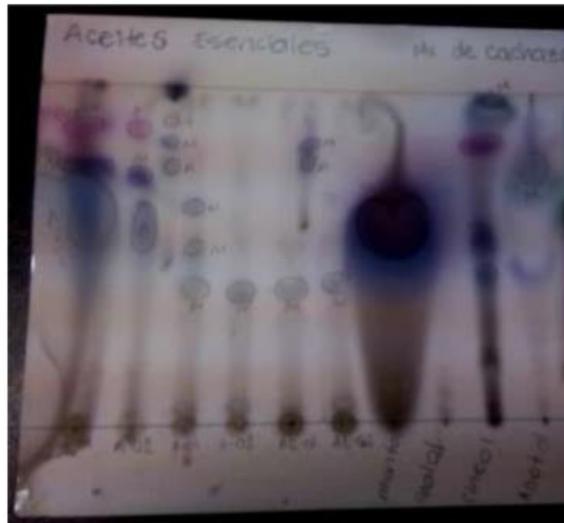


Continuación de apéndice 5.

Cromatografía en Capa Fina de Identificación de Flavonoides

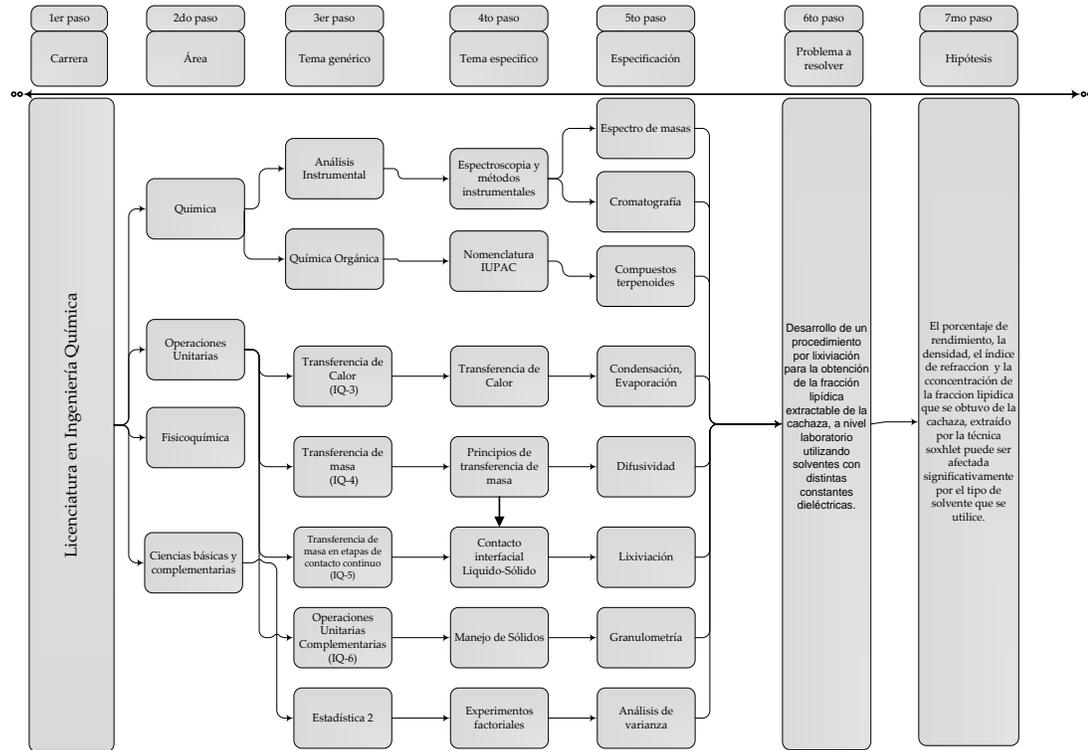


Cromatografía de Capa Fina de Identificación de Aceites Esenciales



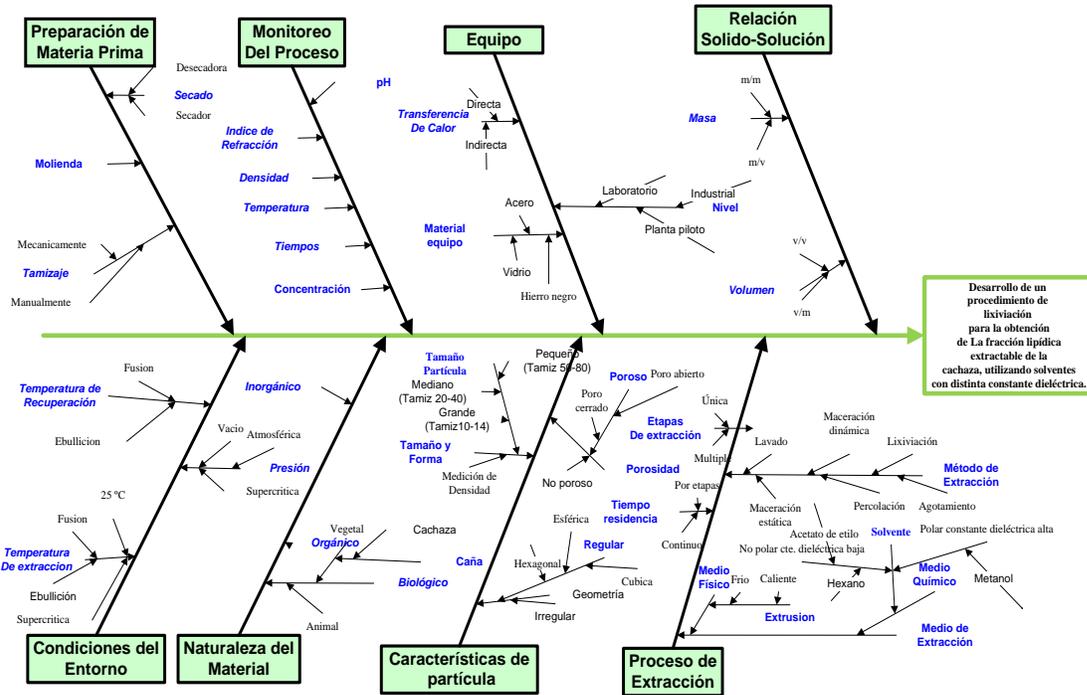
Fuente: elaboración propia, con datos de Laboratorio de Investigaciones de Productos Naturales (LIPRONAT, Universidad de San Carlos de Guatemala).

Apéndice 6. Tabla de requisitos académicos



Fuente: elaboración propia, con datos obtenidos de la Escuela de Ingeniería Química, Facultad de Ingeniería, Universidad de San Carlos de Guatemala.

Apéndice 7. Diagrama de Ishikawa



Fuente: elaboración propia, empleando formas de Microsoft Word.