

**EVALUACIÓN DE LOS FACTORES QUE INFLUYEN EN LA PRODUCTIVIDAD  
Y CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO EXTRAÍDO A ESCALA LABORATORIO**

**MONICA LIZETH SARMIENTO DELGADO  
WILLIAM ARLEY URIBE PARRA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2014**

**EVALUACIÓN DE LOS FACTORES QUE INFLUYEN EN LA PRODUCTIVIDAD  
Y CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO EXTRAÍDO A ESCALA LABORATORIO**

**MONICA LIZETH SARMIENTO DELGADO  
WILLIAM ARLEY URIBE PARRA**

**Trabajo de grado para optar al título de Ingeniero Químico**

**Directora  
VIVIANA SANCHEZ TORRES  
Ingeniera Química Ph.D**

**Director  
GUSTAVO E. RAMÍREZ CABALLERO  
Ingeniero Químico Ph.D**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA  
BUCARAMANGA**

**2014**

## **Agradecimientos**

*Gracias a dios por brindarme siempre la sabiduría y guiarme por el mejor camino siempre de su mano, llenándome de bendiciones y de felicidad, enseñándome que solo con esfuerzo se obtienen los mejores logros.*

*Agradezco a mi familia, esas personas que llenan todos mis días de amor y que siempre son mi motivación, a mi papa Giovanni Sarmiento, a mi hermana Camila y en especial a mi mama Esperanza Delgado por siempre creer en mí y apoyarme incondicionalmente en cada camino que he decidido recorrer, gracias a ella hoy soy lo que soy.*

*Gracias también a esas personas que hicieron que este camino fuera el más interesante de recorrer; Omar, Liss, Dianita, Natu, Chu, Leo, Luis Carlos , con cada uno tuve una experiencia diferente pero a todos los llevo en mi corazón siempre, porque cada uno a su manera me acompañó en este camino. A mi prima, amiga, hermana Paula Bueno que simplemente fue incondicional hasta el último de los días.*

*Gracias a William Uribe por el excelente equipo de trabajo que formamos, porque a pesar de las tormentas siempre salimos adelante juntos, y que más que compañero fue un amigo.*

*A las personas del laboratorio de procesos de la escuela de Ingeniería Química, en especial a don Eduardo que siempre nos tendió la mano y nos ofreció su ayuda.*

*A mis directores de proyecto Viviana Sánchez y Gustavo Ramírez por la confianza.*

**Mónica Lizeth Sarmiento Delgado**

## **Agradecimientos**

*Sin inspiración o sin motivación la vida no se siente, primero quiero agradecer a tres personas que que hacen que el amor exista en mi camino, agradecer a mi mamá Mary Parra, a mi papá William Uribe y a mi segunda madre Sandra Parra. A mis hermanos Walter, Andrés y Gustavo.*

*Agradezco a mi segunda familia de 18 personas: Chiqui, Elo, amigo David, Stephie, Nathie, la Churra, Caro, Fer, Orlando y Freddy. Especialmente a quienes se preocuparon por saber quién es William Uribe: Richard, Genny, Lina, Ximena, Silvia, Wendy, Cristian y Jorge.*

*Este proyecto no hubiese sido posible sin el gran equipo que formamos juntos Mónica Sarmiento, gracias ñeris.*

*No puedo olvidar a las personas del laboratorio de procesos de la escuela de Ingeniería Química, en especial a don Eduardo que sin pensarlo nos brindó su ayuda.*

*A mis directores de proyecto Viviana Sánchez, Gustavo Ramírez y a la doctora Andrea.*

*A la Escuela de Ingeniería Química conformada por los docentes y sus ejemplares trabajadores, y siendo más general, a la Universidad Industrial de Santander, magnífica institución educativa.*

*El amor está en las pequeñas cosas...*

**William Arley Uribe Parra**

## CONTENIDO

INTRODUCCIÓN .....	16
1. OBJETIVOS.....	18
1.1. Objetivo general .....	18
1.2. Objetivos específicos.....	18
2. MARCO TEÓRICO .....	19
2.1. La higuera .....	19
2.2. Aceite de ricino .....	19
2.2.1. Usos y aplicaciones.....	20
2.3. Extracción de aceite .....	21
2.3.1. Tipos de extracción .....	21
2.3.2. Extracción del aceite de ricino por solvente .....	22
2.3.3. Rota-evaporación .....	22
2.3.4. Técnicas para el análisis del aceite.....	23
3. METODOLOGÍA.....	25
3.1. Pruebas preliminares.....	25
3.2. Evaluación de la influencia del tipo de semilla, solvente y tamaño de partícula en la calidad y cantidad del aceite extraído .....	26
3.3. Diseño de experimentos.....	26
3.4. Etapas del proceso.....	27
3.4.1. Obtención y acondicionamiento de las semillas .....	27
3.4.2. Extracción Soxhlet.....	28
3.4.3. Rota-evaporación .....	28

3.4.4. Caracterización .....	29
4. ANÁLISIS Y RESULTADOS .....	31
4.1 . Selección del tiempo de extracción .....	31
4.2 Cantidad .....	31
4.3. Calidad .....	32
4.3.1. Índice de refracción .....	33
4.3.2. Densidad .....	34
4.3.3. Índice de acidez .....	35
4.3.4. Saponificación .....	37
4.3.5. Cromatografía de gases .....	38
5. CONCLUSIONES .....	39
BIBLIOGRAFÍA .....	43
ANEXOS .....	46

## LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Especificaciones internacionales para el aceite de ricino .....	24
Tabla 2. Variables de entrada del diseño de experimentos .....	27
Tabla 3. Matriz de experimentos.....	27
Tabla 4. Condiciones para los solventes en el rota-evaporador. ....	28

## LISTA DE FIGURAS

Figura 1. (a) Estructura molecular de un triglicérido; (b) Estructura molecular del ácido Ricinoleico. Fuente [14]. .....	19
Figura 2. Montaje tipo Soxhlet .....	22
Figura 3. Diagrama de bloques de la metodología de extracción .....	26
Figura 4. Aceite extraído en las pruebas preliminares 1 y 2. ....	31
Figura 5. Cantidad de aceite extraído .....	32
Figura 6. Diagrama del efecto de los factores en la cantidad de aceite extraído ...	32
Figura 7. Índice de refracción del aceite extraído .....	33
Figura 8. Diagrama del efecto de los factores en el índice de refracción del aceite extraído .....	34
Figura 9. Densidad del aceite extraído .....	35
Figura 10. Diagrama del efecto de los factores en la densidad del aceite extraído .....	35
Figura 11. Índice de acidez del aceite extraído.....	36
Figura 12. Diagrama del efecto de los factores en el índice de acidez del aceite extraído .....	36
Figura 13. Índice de saponificación del aceite extraído .....	37
Figura 14. Diagrama del de los factores en el índice de saponificación del aceite extraído.....	38

## LISTA DE ANEXOS

ANEXO A. Determinación de la densidad.....	32
ANEXO B. Determinación del índice de refracción .....	33
ANEXO C. Determinación del índice de acidez .....	34
ANEXO D. Determinación del índice de saponificación .....	36
ANEXO E. Condiciones de operación del cromatógrafo de gases. ....	38
ANEXO F. Análisis estadístico para la cantidad de aceite extraído. ....	39
ANEXO G. Análisis estadístico para el índice de refracción .....	40
ANEXO H. Análisis estadístico para la densidad .....	41
ANEXO J. Análisis estadístico para el índice de acidez .....	42
ANEXO K. Análisis estadístico para el índice de saponificación .....	43

## RESUMEN

**TITULO:** EVALUACIÓN DE LOS FACTORES QUE INFLUYEN EN LA PRODUCTIVIDAD Y CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO EXTRAÍDO A ESCALA LABORATORIO\*

**AUTOR:** MÓNICA LIZETH SARMIENTO DELGADO, WILLIAM ARLEY URIBE PARRA.\*\*

**PALABRAS CLAVE:** Higuerilla, Aceite, Ricino, Extracción, Soxhlet, Hexano, Isopropanol.

### CONTENIDO:

El aceite ricino proviene de la planta denominada higuerilla; la higuerilla contiene en sus semillas alto contenido de aceite que es usado como materia prima en más de 700 aplicaciones industriales, es materia prima en la fabricación de cosméticos, pinturas, polímeros, purgantes, lubricantes, biodiesel, etc. El aceite de ricino se compone de una mezcla de triglicéridos, su mayor componente es el ácido ricinoleico que lo compone de un 80 al 90 %, aunque también están presentes otros ácidos como el oleico, linoleico, palmítico y esteárico. Los métodos comunes para extraer el aceite son el prensado y la extracción por solventes, se profundizó en la extracción por solventes que es más compleja que el prensado por su grado de control y tecnología más elevado empleando la técnica soxhlet. Se evaluó la calidad y la cantidad de aceite a partir de factores presentes en las condiciones de extracción que son tipo y tamaño de semilla, tiempo de extracción y tipo de solvente, encontrando que algunos factores influyen más que otros así como las combinaciones diferentes entre ellos en las variables de respuesta calidad y cantidad. La calidad del aceite se estudió a partir de las características fisicoquímicas determinadas por asociaciones internacionales para el aceite de ricino como la AOCS Y BSI.<sup>1</sup>

---

\*Trabajo de Grado

\*\*Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela ingeniería química. Director: Viviana Sanchez Torres, ingeniera química Ph.D Codirector: Gustavo E. Ramirez Caballero, Ingeniero químico Ph.D

## ABSTRACT

**TITLE:** EVALUATION OF FACTORS AFFECTING PRODUCTIVITY AND QUALITY OF CASTOR OIL EXTRACTED LABORATORY SCALE\*

**AUTHOR:** MÓNICA LIZETH SARMIENTO DELGADO, WILLIAM ARLEY URIBE PARRA. \*\*

**KEYWORDS:** Castor, Oil, Castor Oil, Extraction, Soxhlet, Hexane, Isopropanol.

### ABSTRACT:

The castor oil comes from the plant called castor; The castor contains in his seeds high place contained of oil that is used as raw material in more than 700 industrial applications, is a raw material in the manufacture of cosmetics, paintings, polymers, purgatives, lubricants, biodiesel, between others. The oil of castor is composed of a mixture of triglycerides, the major component is the ricinoleic acid comprises about 80 to 90% by weight, though other acids are present as oleic, linoleic, palmitic and stearic. The common methods to extract the oil are the pressing and the extraction for solvents, the extraction for solvents was chosen, that it is more complex than the pressing for his higher degree of control and technology using the technology soxhlet. The quality and the quantity of oil were evaluated from present factors in the conditions of extraction that are type and size of seed, time of extraction and type of solvent, thinking that some factors influence more than different as well as the different combinations between them in the variables of response quality and quantity. The quality of the oil was studied from the physicochemical characteristics determined by international associations for the oil of castor as the AOCS and BSI.<sup>2</sup>

---

\*Graduation Project

\*\*Physical-Chemical Engineering Faculty. Chemical Engineering department. Director: Viviana Sanchez Torres, Chemical Engineer Ph.D Co-director: Gustavo E. Ramirez Caballero, Chemical Engineer Ph.D

## INTRODUCCIÓN

La Higuierilla (*Ricinus communis L.*) es una planta de la familia de las euforbiáceas que se da principalmente en los trópicos; debido a su gran rusticidad y resistencia a la sequía, se adapta fácilmente a diferentes ambientes [1]. Aunque el área sembrada en higuierilla no es representativa en Colombia [2], el interés por este cultivo ha aumentado en los últimos años. La higuierilla en nuestro país se puede adaptar a ambientes extremos, dentro de los límites requeridos para su buen desarrollo, sin que su comportamiento fisiológico y productivo sea afectado [3]. En el Primer Congreso Internacional de Higuierilla, se mostró que las zonas reportadas con el mayor número de cultivos de higuierilla son los departamentos de Antioquia, Santander, Meta y Tolima [4]. La importancia industrial del aceite de higuierilla se centra en su alto contenido de ácido ricinoléico; por lo que es utilizado como materia prima en distintas aplicaciones como la fabricación de pinturas, tintas, lubricantes, poliuretanos, nylon, fluidos funcionales, materia base para biocombustibles y una amplia gama de otros productos [5].

Las alternativas más comunes para extraer el aceite de ricino son por prensado y por solvente [6, 7]. La extracción del aceite por solvente no es un procedimiento común, posee más complejidad que en el prensado por la tecnología aplicada y requiere mayor grado de control.

En la actualidad, una problemática del proceso empleado para la producción de aceite en la mayoría de industrias es que se considera artesanal, es decir, no se cuenta con un diseño, ni optimización del proceso, generando pérdidas de competitividad frente a las industrias internacionales [6], pues se necesita de un proceso eficiente que genere un gran porcentaje de extracción, sin perder la calidad del producto; no se cuenta con un control de factores como el tiempo de extracción, tipo de semilla y solventes empleados que pueden afectar tanto la cantidad como las características del aceite extraído.

La calidad de los aceites finos es de gran importancia para justificar el cultivo de la especie que lo provee en forma rentable [9]. La calidad del aceite de ricino se evalúa a partir de especificaciones internacionales que corresponden a características físico-químicas determinadas, [10-11] que definen si el aceite puede ser empleado para el uso industrial directamente o requiere de algún proceso de refinación. Entre las especificaciones comunes están la densidad, el índice refracción, el índice de acidez y el índice de saponificación [12].

En el presente trabajo se evaluó la influencia en la cantidad y calidad del aceite extraído, de factores como tiempo de extracción, tipo y tamaño de semilla y solventes empleados, encontrándose que la cantidad de aceite extraído es afectada significativamente por el tipo de semilla y el tamaño de partícula, mientras que la calidad del aceite de ricino se ve influenciada por el tipo de solvente empleado y el tipo de semilla elegida.

## **1. OBJETIVOS**

### **1.1. Objetivo general**

- Evaluar a escala laboratorio la influencia de los factores tiempo de extracción, tipo y tamaño de semilla y tipo de solvente, en la productividad y calidad del aceite de ricino extraído empleando el método de extracción por solventes.

### **1.2. Objetivos específicos**

- Determinar el tiempo óptimo de extracción de aceite de ricino.
- Determinar la cantidad de aceite de higuera extraído a partir de las variables tipo y tamaño de semilla y tipo de solvente empleado.
- Evaluar la calidad del aceite de higuera extraído caracterizando el producto y comparándolo con las especificaciones internacionales para el aceite de ricino.
- Describir mediante un análisis estadístico la influencia de los factores en las variables de respuesta.

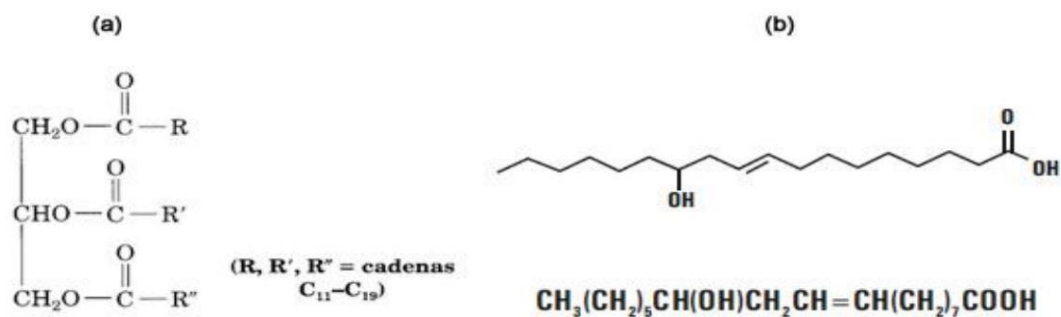
## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. La higuera

La Higuera (*Ricinus communis L.*) es una planta de la familia de las euforbiáceas, se da principalmente en los trópicos; [1]. Su resistencia a la sequía se debe a sus raíces, las cuales están muy bien desarrolladas y pueden medir más de un metro de profundidad. De esta planta se obtiene una semilla oleaginosa, de la cual se extrae un producto de importancia económica, el aceite de ricino [13].

### 2.2. Aceite de ricino

El aceite de ricino está compuesto por triglicéridos, que son moléculas químicas de glicerol con cada uno de los tres grupos hidroxilos esterificados con un ácido graso de cadena larga (Figura 1a). Su principal componente es el ácido ricinoleico (Figura 1b), el cual se encuentra formando el triglicérido simple denominado triricinoleína.



**Figura 1.** (a) Estructura molecular de un triglicérido; (b) Estructura molecular del ácido ricinoleico. Fuente [14].

El ácido ricinoléico, que pertenece al grupo de los hidroácidos, constituye el 84-90% de los triglicéridos del aceite. Otros ácidos grasos presentes son el oleico, linoléico, esteárico y palmítico. El 97% de los ácidos grasos del aceite de ricino son insaturados [15].

El aceite de ricino es espeso, con un color amarillo pálido y no volátil. El enlace no saturado del aceite de ricino, el alto peso molecular (298 K), el bajo punto de fusión (5°C) y punto de solidificación (-12°C a 18°C) hacen que sea útil en la industria, proporcionando la más alta y estable viscosidad de todos los aceites vegetales [16]. Tiene una buena durabilidad y no se vuelve rancio a menos que sea sometido a calor excesivo, se distingue por su alto índice de acetilo o de hidroxilo; y por su alta densidad. Es miscible en todas proporciones, con el alcohol; y ligeramente soluble en éter de petróleo [9].

### **2.2.1. Usos y aplicaciones**

Antiguamente el aceite de ricino era utilizado con fines medicinales principalmente como purgante. Ahora, las aplicaciones industriales del aceite de higuierilla son innumerables, a tal punto que la química de este aceite se ha denominado como ricinoquímica [17].

Las principales aplicaciones del aceite de ricino son las siguientes:

- **Lacas nitro celulósicas:** actúa como plastificante y dispersante de pigmentos y colorantes.
- **Recubrimientos y tintas (no acuosos):** actúa como dispersante de pigmentos, plastificante y cosolvente.
- **Sector farmacéutico:** emoliente, preparación de cosméticos, laxante.
- **Plastificante** general para resinas, plásticos, caucho, ceras, etc.
- **Lubricante en engranajes** para trabajo pesado y procesos metalmecánicos.

- **Componente líquido de frenos y aditivo en combustibles para motores de dos tiempos.**
- **Solubilizador** para compuestos fenólicos y cresílicos en germicidas, desinfectantes, etc.
- **Materia prima para la fabricación de productos químicos** como ácido sebásico, ácido undecilénico, ácido 12-hidroxiesteárico, cera de castor.
- **Fabricación de biodiesel y biocombustible:** cumplen con la mayoría de los requisitos para la obtención de biocombustible y biodiesel, logrando tener un buen rendimiento [17].

### 2.3. Extracción de aceite

#### 2.3.1. Tipos de extracción

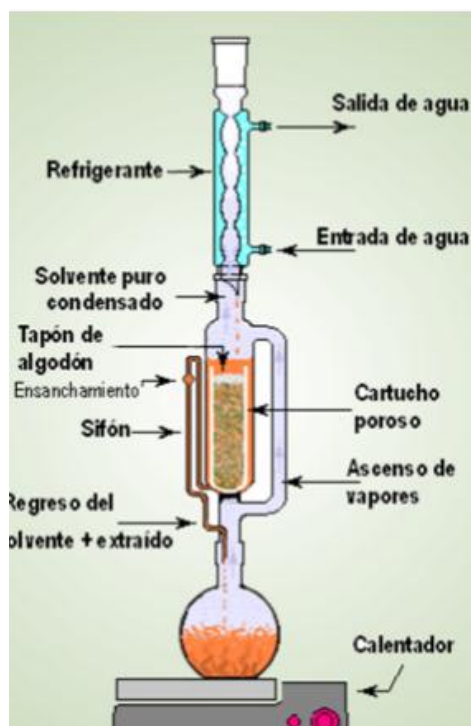
Las alternativas más comunes para extraer el aceite de ricino son por prensado y por solvente [6, 7]:

- **Por prensado:** Este método se caracteriza por producir un aceite de mejor calidad y color. De acuerdo a la temperatura y presión del prensado se obtienen diferentes características del aceite. Entre sus etapas más importantes están la limpieza de la semilla, calentamiento, prensado, refinación del aceite, filtrado y envasado.

-**Extracción del aceite por solvente:** Posee más complejidad que en el prensado por la tecnología aplicada, y requiere mayor grado de control. Los solventes deben reunir ciertas características como no ser tóxicos, inflamables, explosivos, tener bajo punto de ebullición y ser de fácil adquisición.

### 2.3.2. Extracción del aceite de ricino por solvente

La extracción se puede definir como la transferencia de una sustancia X desde una "fase líquida A" a otra "fase líquida B", inmiscible con la anterior. Para la extracción de aceite de ricino se emplea la "extracción Soxhlet". Este proceso consiste en realizar la extracción evaporando el solvente y condensándolo haciendo que este llegue puro al cartucho que contiene las semillas. Su montaje se puede observar en la Figura 2 [8].



**Figura 2.** Montaje tipo Soxhlet

Fuente: [8]

### 2.3.3. Rota-evaporación

Técnica que separa el aceite del solvente. Este proceso se realiza evaporando el solvente bajo condiciones de presiones reducidas producido por la bomba de

vacío, y bajo temperaturas moderadas alcanzadas por el baño María al que se somete la muestra.

#### **2.3.4. Técnicas para el análisis del aceite**

La calidad del aceite de ricino se evalúa a partir de especificaciones internacionales para el aceite (Tabla 1), las cuales definen si el aceite puede ser empleado para uso industrial o requiere algún proceso de refinación [10,11].

- **Densidad:** Es la medida del volumen que ocupa un determinado masa del aceite. Es una propiedad que no varía mucho para un aceite determinado cuando está puro y fresco, pero es afectada por la edad, rancidez y cualquier tratamiento especial que se le haga al aceite.

- **Índice de refracción:** Es el cociente entre el seno del ángulo de incidencia y el seno del ángulo de refracción de la luz monocromática al pasar del aire a un medio ópticamente más denso. Depende de la composición de la muestra, la temperatura y la longitud de onda de la radiación utilizada [18, 19].

- **Índice de acidez:** Son los miligramos de NaOH necesarios para saturar los ácidos grasos libres contenidos en gramo de muestra. El índice de acidez es una medida de la cantidad de ácidos grasos libres (acidez mineral) presente en la muestra [8]. Los aceites con una acidez inferior al 1% son clasificados como de tipo 1 y cuando el aceite presenta no más de 2,5% de acidez libre se considera de tipo 3 [20].

- **Índice de saponificación:** El índice de saponificación es el número de miligramos de KOH requeridos para saponificar un gramo de aceite o grasa. Determina la facilidad de la separación de fases y lavado del producto. Mide indirectamente la disminución en conversión de alquiles-ésteres. La reacción de

saponificación establece el grado de deterioro y estabilidad de los aceites, y puede verificar si las propiedades se ajustan a las especificaciones e identificar posibles fraudes y manipulaciones [21].

Algunas especificaciones internacionales para el aceite de ricino se encuentran en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Especificaciones internacionales para el aceite de ricino

<b>PROPIEDAD</b>	<b>A.O.C.S (American Oil Chemists' Society)</b>	<b>BRITISH STANDARD FIRSTQUALITY (Normas de calidad británicas)</b>
Índice de acidez (mg NaOH/g aceite)	4 máx.	4 máx.
Índice de saponificación (mg KOH/g aceite)	176 - 187	177 – 187
Gravedad específica 25 <sup>0</sup> C (Kg/metro cubico)	0,945 – 0,965	-
Índice de refracción 25 °C	1,473 – 1,477	1,477-1,481

Fuente: [9]

### 3. METODOLOGÍA

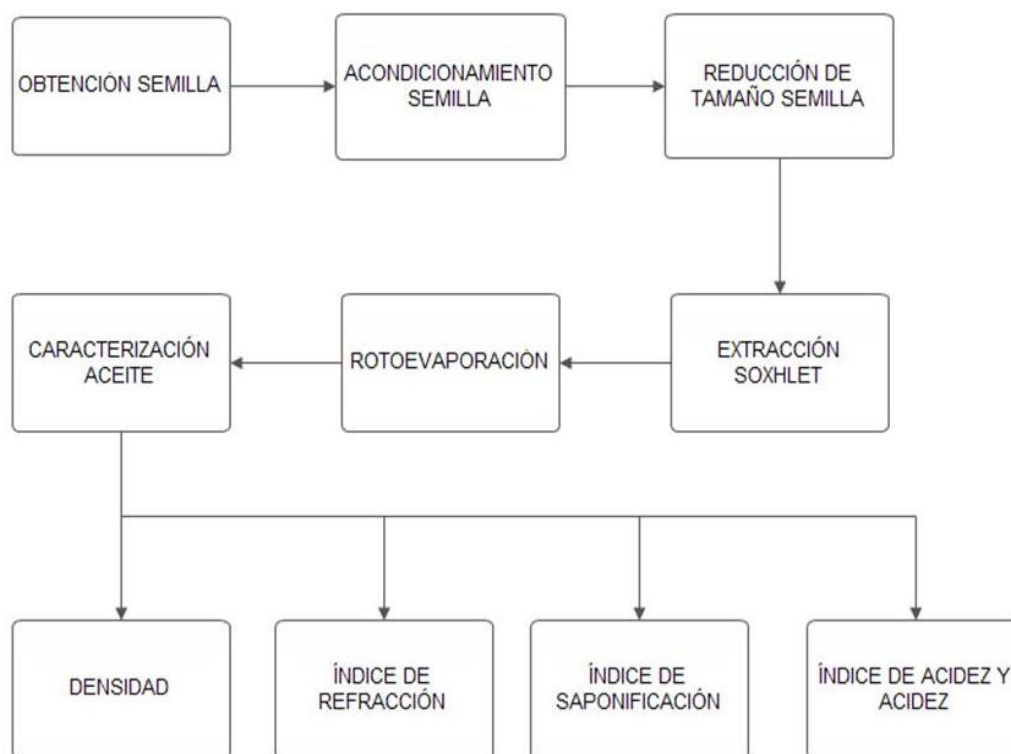
#### 3.1. Pruebas preliminares

Para determinar la influencia del tiempo de extracción en la cantidad de aceite extraído y fijar un tiempo de extracción para los ensayos posteriores se realizaron varias extracciones variando el tiempo. Como materia prima se escogió la semilla nativa de los predios del Ancianato de Rionegro (Santander). Teniendo las semillas se separaron las impurezas (piedras, ramas, tierra), así como la cáscara de la semilla. En un molino manual marca CORONA se trituró la muestra utilizando una abertura de trituración de 2 mm. Se pesaron 14,94 gramos de semilla sobre un papel filtro y éste se envolvió formando un cartucho. Esto se realizó para cada muestra objeto de estudio. Como solvente se utilizó hexano con pureza de 99,8% (Merck) y como refrigerante agua. La cantidad de solvente empleada fue de 60 ml para cada extracción.

Los tiempos establecidos fueron 3, 4, 5, 6, 7 y 8 horas. Las pruebas se realizaron por duplicado. Al finalizar cada tiempo de extracción se procedió a realizar el desmontaje del equipo, el contenido del balón y del lixiviador era una mezcla de aceite y solvente, el cual se envasó en un recipiente de color ámbar. Se retiró el cartucho con la muestra del lixiviador, se rotuló y se almacenó. Se roto evaporaron las muestras almacenadas. Para la realización de esta etapa se utilizó un roto-evaporador Heidolph. Las condiciones que se utilizaron se encuentran en la tabla 4. Una vez separado el solvente del aceite, el aceite recuperado se pesó y se almacenó en recipientes de 20 ml de color ámbar.

### 3.2. Evaluación de la influencia del tipo de semilla, solvente y tamaño de partícula en la calidad y cantidad del aceite extraído

Para llevar a cabo el proceso de extracción de aceite de ricino se realizaron los pasos planteados en la Figura 3 la cual contiene el esquema del proceso.



**Figura 3.** Diagrama de bloques de la metodología de extracción.

### 3.3. Diseño de experimentos

Se propuso un diseño de experimentos de  $2^3$ , tomando como variables tipo de semilla, tipo de solvente y tamaño de partícula, observados en la tabla 2. Con los resultados obtenidos en las pruebas preliminares se encontró que el tiempo óptimo de extracción son 5 horas.

**Tabla 2.** Variables de entrada del diseño de experimentos.

Factores		
Tipo de semilla	Nativa	Certificada
Tipo de solvente	Hexano	Isopropanol
Tamaño de partícula	2 mm	4 mm

**Tabla 3.** Matriz de experimentos.

Experimento	A	B	C
	Tipo de semilla	Tipo de solvente	Tamaño de partícula
1	NATIVA	HEXANO	2 mm
2	CERTIFICADA	HEXANO	2 mm
3	NATIVA	ISOPROPANOL	2 mm
4	NATIVA	HEXANO	4 mm
5	CERTIFICADA	ISOPROPANOL	2 mm
6	CERTIFICADA	HEXANO	4 mm
7	NATIVA	ISOPROPANOL	4 mm
8	CERTIFICADA	ISOPROPANOL	4 mm

### 3.4. Etapas del proceso

#### 3.4.1. Obtención y acondicionamiento de las semillas

La semilla nativa se obtuvo de los predios del Ancianato de Rionegro (Santander). La semilla certificada lleva el nombre de Negra Certificada de la variedad VC/05-99. Esta se obtuvo de la empresa HIGUEROIL de Colombia de Medellín (Antioquia), contiene un 52% de aceite [22]. Se separaron 2 muestras de cada

tipo de semilla, en un molino manual marca CORONA se trituraron las muestras en dos tamaños, utilizando aberturas de trituración de 2 mm y 4 mm.

### 3.4.2. Extracción Soxhlet

Se pesaron 14,94 gramos de semilla sobre un papel filtro y este se envolvió formando un cartucho. Como solvente se utilizó hexano con pureza de 99,8% (Merck), e iso-propanol con pureza de 99,8% (Merck) y como refrigerante agua. La cantidad de solvente empleada fue de 60 ml para cada extracción. Se siguió el procedimiento de extracción descrito en las pruebas preliminares con un tiempo de extracción de 5 horas. Para cada prueba se realizaron 3 réplicas.

### 3.4.3. Rota-evaporación

Para la realización de esta etapa se utilizó un roto-evaporador (Heidolph). Las condiciones que se utilizaron para cada solvente se encuentran en la tabla 4.

**Tabla 4.** Condiciones para los solventes en el roto-evaporador.

Solvente	Presión (mbar)	Temperatura (°C)	Revoluciones por minuto
Hexano	335	50	100
Iso-propanol	100	75	100

Una vez separado el solvente del aceite, el aceite recuperado se pesó y se almacenó en recipientes de 20 ml de color ámbar.

#### **3.4.4. Caracterización**

Se determinó la Densidad, el Índice de refracción, Índice de acidez y el Índice de saponificación.

##### **3.4.4.1. Densidad**

Esta prueba se realizó según la norma colombiana ICONTEC NTC.336. Grasas y Aceites Comestibles. Método de determinación de Densidad, con un picnómetro de 2 ml. (Ver anexo A).

##### **3.4.4.2. Índice de refracción**

Se realizó el índice de refracción según la norma colombiana ICONTEC NTC.289. Grasas y Aceites. Método de determinación del Índice de refracción, con un refractómetro de Abbe Thermo Fischer Scientific. (Ver anexo B).

##### **3.4.4.3. Índice de acidez**

Se realizó el índice de acidez según la norma colombiana ICONTEC NTC.218. Grasas y Aceites Comestibles.- método de determinación de acidez. Para la mezcla de solventes se utilizó etanol y éter di-etílico con pureza de 99,8% (Merck). Como indicador se utilizó la fenolftaleína. Para la titulación se utilizó una solución de hidróxido de sodio y 1 gramo de muestra de aceite. (Ver anexo C).

##### **3.4.4.4. Índice de saponificación**

Se realizó según la norma colombiana ICONTEC NTC-335. Grasas y Aceites - Método de determinación del índice de saponificación. Para la mezcla de solventes se utilizó etanol e hidróxido de potasio con pureza de 99,8% (Merck).

Como indicador se utilizó la fenolftaleína. Para la titulación se utilizó una solución de ácido clorhídrico (0,5 mol/L). (Ver anexo D).

#### **3.4.4.5. Composición química de ácidos grasos**

Se analizó la muestra del experimentos 6.

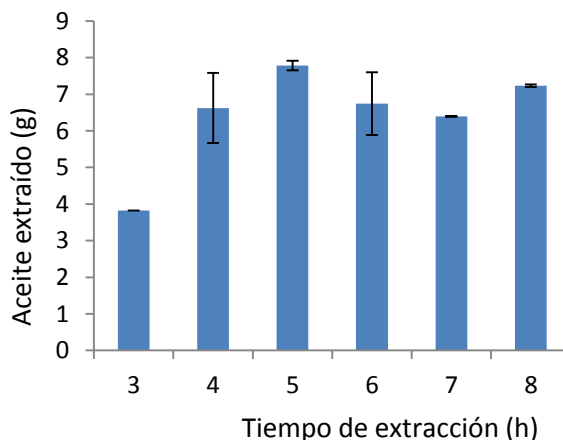
Se agregó 1 g de aceite al tubo de ensayo, 1,7 ml de metanol, 0,3 ml de ácido sulfúrico y 2 ml de cloroformo. La fase acuosa y la fase orgánica se pusieron en contacto por agitación con vortex. La reacción se llevó a cabo a una temperatura de 100°C por 140 minutos. Después de transcurrido el tiempo de reacción los tubos de ensayo se enfriaron rápidamente reemplazando el agua caliente por agua a temperatura ambiente. Luego se agregó 1 ml de agua destilada a cada tubo de ensayo y se agitó mediante vortex para favorecer la separación de las fases, encontrando en los ácidos grasos diluidos en cloroformo, estos se retiraron y se analizaron por cromatografía acoplada con espectrometría de masas (GC-MS). El método usado para cromatografía se presenta en el anexo E.

El análisis se llevó a cabo en los laboratorios de Ingeniería Química de la Universidad Industrial de Santander.

## 4. ANÁLISIS Y RESULTADOS

### 4.1. Selección del tiempo de extracción

En la figura 4 se observa que el mejor tiempo de extracción es el de 5 horas, ya que en tiempos por debajo de este o superiores a este se extrae una cantidad menor de aceite. En la prueba de hipótesis se encontró que no existen diferencias estadísticamente significativas entre las desviaciones estándar de las dos muestras con un nivel de confianza del 95%.

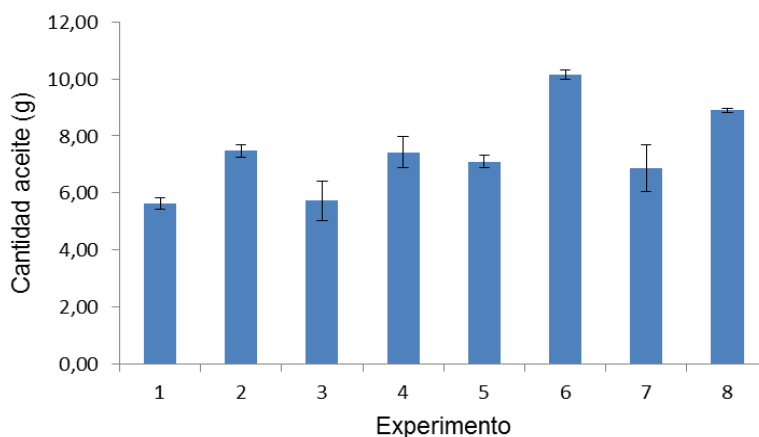


**Figura 4.** Aceite extraído en las pruebas preliminares 1 y 2.

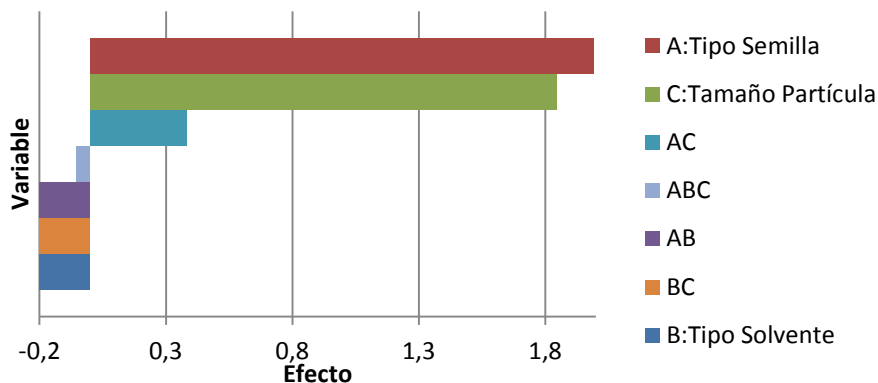
### 4.2 Cantidad

En la figura 5 se observa la cantidad de aceite extraído en cada experimento, obteniéndose la mayor cantidad de aceite en el experimento 6 (semilla certificada, solvente hexano, tamaño de partícula de 4 mm) en el cual se extraen 10,14 g de aceite lo cual corresponde a un 45,44% del peso de la semilla.

En la figura 6 y en el anexo F se observa que los factores con mayor incidencia en la cantidad de aceite extraído, son el tipo de semilla y el tamaño de la partícula. Entre menor sea el tamaño de partícula se presentara una mayor pérdida de aceite en el molino.



**Figura 5.** Cantidad de aceite extraído



**Figura 6.** Diagrama del efecto de los factores en la cantidad de aceite extraído

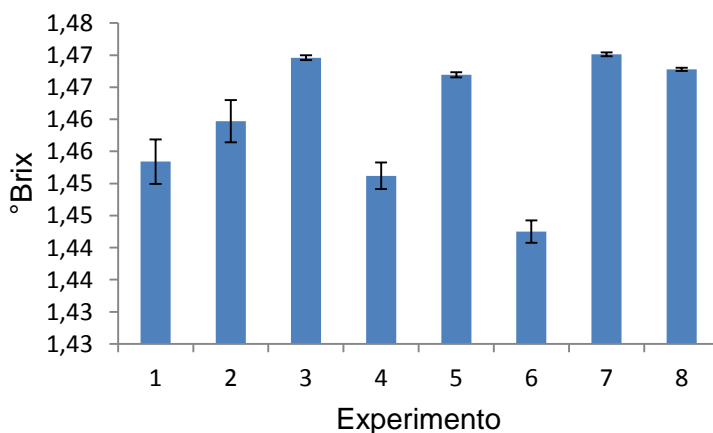
### 4.3. Calidad

La calidad de un aceite está determinada por una serie de propiedades físico-químicas que dan indicios acerca de la pureza, conservación, usos y otras

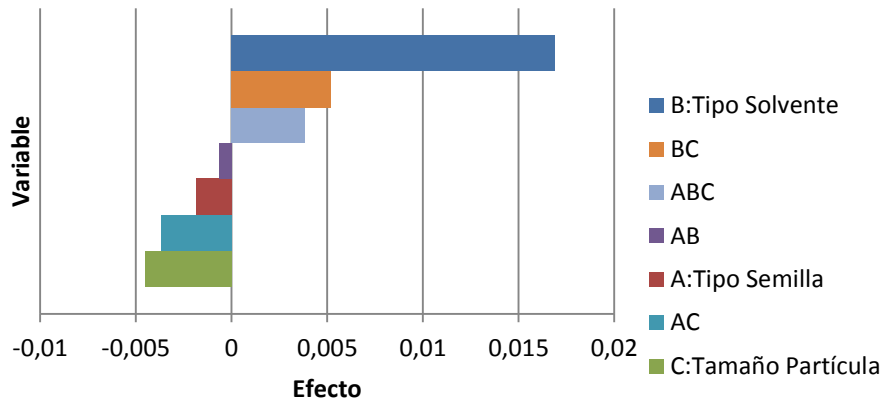
cualidades del aceite. Para el aceite de ricino existen ciertas especificaciones en sus propiedades fisicoquímicas, dadas por entidades internacionales como la A.O.C.S y British Standard First Quality. Estas especificaciones se muestran en la tabla 1 en el marco teórico. En este trabajo se evaluó la densidad, índice de refracción, índice de acidez, e índice de saponificación.

#### 4.3.1. Índice de refracción

En los datos obtenidos que se encuentran en la figura 7 se observa que los experimentos realizados con el solvente isopropanol (3, 5, 7,8) tienen un rango más cercano a los proporcionados por la A.O.C.S. El hecho de que estos estén dentro del rango indica que el aceite extraído es de buena calidad respecto al índice de refracción. En el análisis de la figura 8 y el anexo G encontramos que el tipo de solvente es la variable cuyo efecto es más significativo, esto se debe a que el índice de refracción depende del medio y el aceite de ricino es una sustancia no polar mientras que el isopropanol es una sustancia polar lo cual hace que la mezcla no sea homogénea.



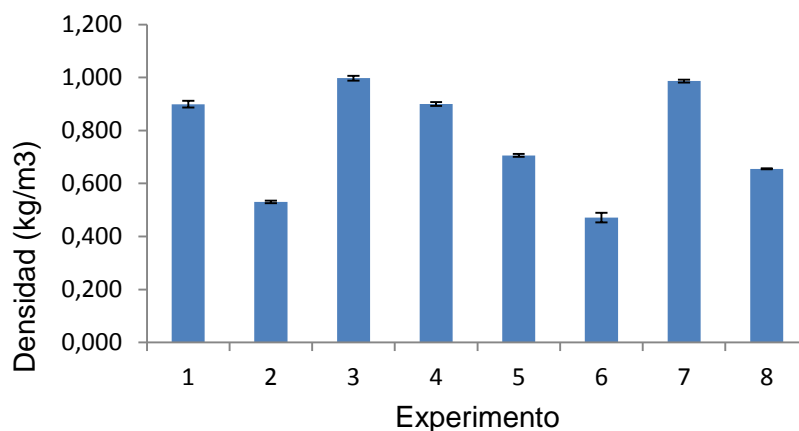
**Figura 7.** Índice de refracción del aceite extraído



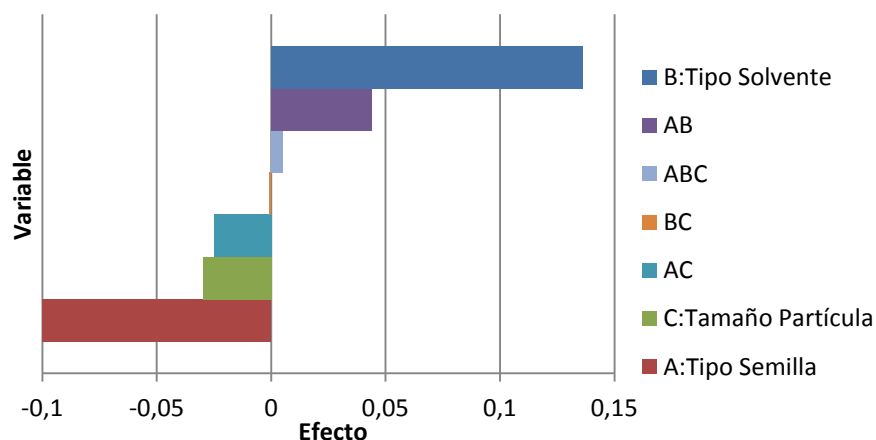
**Figura 8.** Diagrama del efecto de los factores en el índice de refracción del aceite extraído

#### 4.3.2. Densidad

En la figura 9 se observa que la semilla nativa (1, 3, 4, 7) arrojó valores que se encuentran dentro del rango especificado por la AOCS que es 0.945 – 0.965 (kg/metro cubico), además el aceite que se extrajo con isopropanol (3, 7) son más densos que los extraídos con hexano (1, 4), lo que confirma que estos aceites tienen buena calidad y se encuentran dentro de las especificaciones internacionales para el aceite de ricino. En el análisis estadístico representado en la figura 10 (ver anexo H) encontramos que la variable de mayor incidencia en la densidad es el tipo de solvente y además que el tipo de semilla presenta una influencia negativa.



**Figura 9.** Densidad del aceite extraído

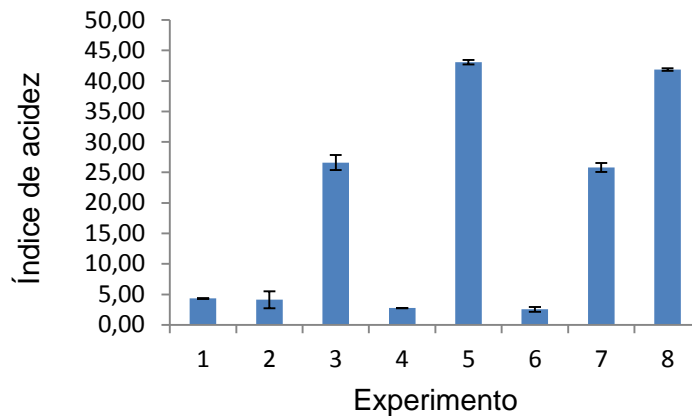


**Figura 10.** Diagrama del efecto de los factores en la densidad del aceite extraído

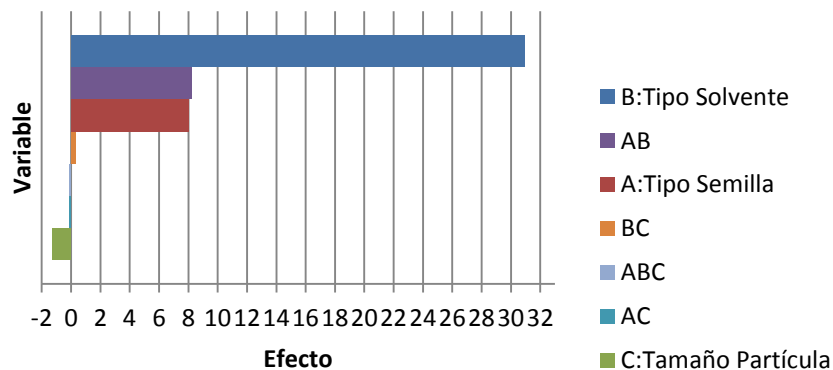
### 4.3.3. Índice de acidez

En los resultados consignados en la figura 11 se observa que los aceites extraídos utilizando como solvente hexano son los que se encuentran por debajo del máximo especificado por la A.O.C.S, lo cual indica que este aceite presenta buena calidad con respecto a la acidez, ya que la elevada acidez de un aceite crudo aumenta el proceso de neutralización, es también un indicador de semillas de baja calidad, mal manejo y almacenamiento o procesamiento indebidos [23]. Se

observa que en los experimentos realizados a partir de la semilla nativa (1, 4) tienen un índice mayor que los realizados a partir de la semilla certificada (2, 4) esto indica que la semilla nativa contiene un mayor porcentaje de ácidos grasos libres presentes en su aceite que la certificada. Esto se ve reflejado en los factores en las figuras 12 ya que los factores que muestran una mayor influencia en la acidez y el índice de acidez del aceite extraído son el tipo de solvente y el tipo de semilla.



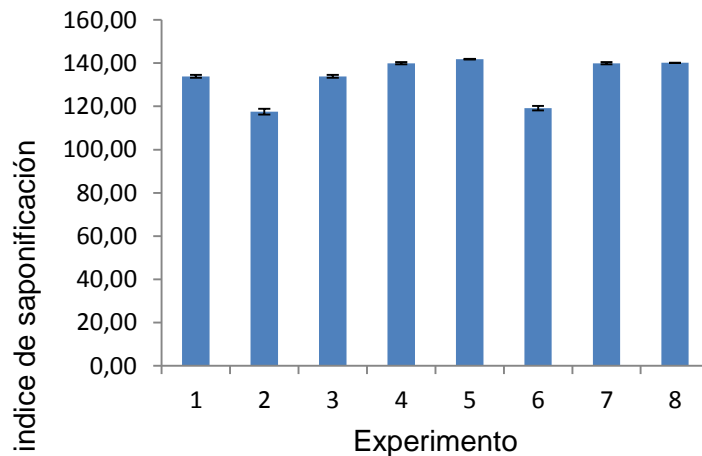
**Figura 11.** Índice de acidez del aceite extraído



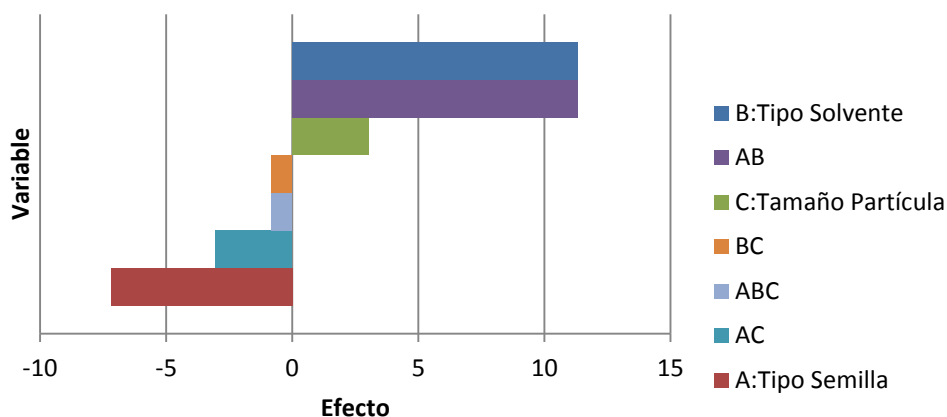
**Figura 12.** Diagrama del efecto de los factores en el índice de acidez del aceite extraído

#### 4.3.4. Saponificación

Según el rango especificado por la A.O.C.S, el índice de saponificación debe estar entre 176 – 187 y para la British Standard First Quality entre 177 – 187, en los resultados obtenidos que se encuentran en la figura 13 todos los valores estuvieron por fuera de los rangos internacionales, esto se debe a que los valores que se establecen en las normas son para el aceite refinado, pero en esta investigación este no es el caso ya que se analizó aceite crudo. En el análisis estadístico que se encuentra en la figura 14 y el anexo K se muestra que los factores que ejercen influencia sobre el índice de saponificación son el tipo de solvente y el tipo de semilla.



**Figura 13.** Índice de saponificación del aceite extraído



**Figura 14.** Diagrama del de los factores en el índice de saponificación del aceite extraído.

#### 4.3.5. Cromatografía de gases

Teniendo en cuenta los resultados presentados anteriormente se encuentra que la mejor condición de extracción es la combinación semilla nativa, tamaño de partícula obtenido con el ajuste de la separación del molino de 4 mm aproximadamente y solvente iso-propanol. Se realizó un análisis por GC-MS a esta muestra encontrándose que el aceite extraído contiene ácido acético, glicerol, ácido palmítico, ácido ricinoléico, ácido esteárico, ácido linoleíco, y ácido oleico.

## 5. CONCLUSIONES

La cantidad de aceite extraído es afectado significativamente por el tipo de semilla y el tamaño de partícula. Se obtiene que las condiciones óptimas de extracción en cuanto a cantidad las presenta la combinación semilla certificada, solvente hexano y el tamaño de partícula obtenido con el ajuste de la separación del molino de 4 mm aproximadamente.

Los parámetros físico-químicos mediante los cuales se define la calidad del aceite de ricino presentaron resultados dentro de las especificaciones internacionales dadas por la AOCS y British Standard FirstQuality en todas las variables estudiadas, excepto el índice de saponificación confirmando la buena calidad de algunos de los aceites estudiados en este trabajo.

Teniendo en cuenta tanto el efecto de los factores como su incidencia en las características fisicoquímicas analizadas anteriormente para determinar la calidad del aceite de ricino se encuentra que los factores con una mayor influencia en la calidad del aceite extraído son el tipo de solvente y el tipo de semilla.

## REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA

1. Ogunniyi, D.S., Castor oil: a vital industrial raw material. *Bioresource technology*, 2006. 97(9): p. 1086-91.
2. Cardona A. C. A.; Orrego A., C. E.; Gutierrez M.L. F. 2009. La higuera: una alternativa agroindustrial. Universidad Nacional de Colombia, sede Manizales. Ed. Artes Gráficas Tizán. 89 p.
3. Navas A. A. 2009. Tercer informe técnico de avances proyecto “evaluación de cultivares foráneos y generación de variedades colombianas de higuera para la producción de biodiesel y otros usos en la industria”. CORPOICA, Septiembre. 14 p.
4. Vásquez L. A., et al. “Observaciones preliminares en la caracterización y zonificación del cultivo de higuera en Colombia,” CORPOICA. Primer Congreso Internacional de Higuera. Abril 18 al 20 de 2007.
5. Mutlu H., Meier M. A. R. 2010. Castor oil as a renewable resource for the chemical industry. En: *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* 112: 10–30.
6. Jaimes B. E. y Delgado S. J. Estudio de prefactibilidad para la creación de una planta productiva de aceite de Higuera en la ciudad de Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 2010.
7. Barragan R. N. y Cepeda O. A. Estudio de factibilidad y montaje de una planta productora de aceite de Ricino refinado a partir de Higuera para uso industrial en la ciudad de Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 1979

8. Nuñez C., Extracciones con soxhlet, 2008. [07-Abr-2014]. Disponible en: <http://www.cnunez.com.ar>.
9. Cabrales R. R. Rendimiento en la semilla y análisis de la calidad del aceite de Higuierilla. Universidad de Córdoba. 2010.
10. Vivas C. A. Estudio y obtención de biodiesel a partir de residuos grasos de origen bovino. Universidad Tecnológica de Pereira. 2010.
11. Herrera R. J. y Velez J. Caracterización y aprovechamiento del aceite residual de frituras para la obtención de combustible. Universidad Tecnológica de Pereira. 2010.
12. Barrabas I., Todorut I.A. 2011. Biodiesel quality, standards and properties. En: Montero G., Stoytcheva M. Biodiesel-quality, emissions and by-products. InTech. Croacia. pp. 3-28.
13. Liv S. S. Curso sobre el cultivo de Higuierilla. Investigadores de EMBRAPA-Brasil. 2005.
14. Corpoica. Biblioteca digital agropecuaria de Colombia. Red de investigación participativa en el cultivo de la higuierilla (*ricinus communis* en colombia. 2014. [20-Feb-2014]. Disponible en <http://www.corpoica.org.co>.
15. López L. B. Cultivos industriales. Ediciones Mundi-Prensa. Madrid, 2002, 493-495, 506, 512, 524p.
16. Diamond A. A. F., Cultivo del ricino una alternativa sustentable para el uso de suelos degradados. [20-feb-2014]. Disponible en: <http://www.epocaecologica.com/ediciones/14/ricino.pdf>.

17. Severino S. L., Cardoso D. G., Do Vale S. L., Dos Santos W. J. 2004. Método para determinação da área foliar da mamoneira. En: Revista Brasileira Oleaginosas Fribrosas. Campina Grande. 8(1): 753-762. Janeiro-abril.
18. Moretto E., Fett R. Definição de óleos e Gorduras tecnologia de óleos e gorduras vegetaisna indústria de alimentos. São Paulo. Varela, 1998.144 p.
19. Cecchi, H. M. Fundamentos teóricos e práticos em análise de alimentos. Editora da UNICAMP: 2º Ed. rev.- Campinas, SP, editora da UNICAMP, 2003. 207p.
20. Santos, R. F. dos., Barros, A. L., Marques, F. M.; Firmino, P. de T., Requião, L. E. G. Análise Econômica. In: Azevedo, D.M.P. de.; LIMA, E.F. (eds.). O agronegócio da mamona no Brasil: EMBRAPA-SPI, 2001, 17-35p.
21. Ribeiro E. P., Seravalli E. A. G. Química de Alimentos. 2004, 194p.
22. Higueroil de colombia. Ficha técnica higuierilla negra seleccionada, Abril de 2011. [20-Feb-2014]. Disponible en <http://pinec.com.co/higueroil/>.
23. Angelucci E., Carvalho L. R., Carvalho N. R. P., Figueiredo B. I., Mantovani B. M. D.; Moraes M.R. Análise química de alimentos: Campinas, São Paulo, 1987. 123p. (Manual Técnico).
24. Cisneros D., Díaz A. Obtención de aceite de la nuez *caryodendronorinocense* originaria del departamento del caquetá en la planta piloto de la universidad de la Salle. (tesis). Universidad de la Salle, 2006. 87p.

## BIBLIOGRAFÍA

Angelucci E., Carvalho L. R., Carvalho N. R. P., Figueiredo B. I., Mantovani B. M. D.; Moraes M.R. Análise química de alimentos: Campinas, São Paulo, 1987. 123p. (Manual Técnico).

Barrabas I., Todorut I.A. 2011. Biodiesel quality, standards and properties. En: Montero G., Stoytcheva M. Biodiesel-quality, emissions and by-products. InTech. Croacia. pp. 3-28.

Barragan R. N. y Cepeda O. A. Estudio de factibilidad y montaje de una planta productora de aceite de Ricino refinado a partir de Higuierilla para uso industrial en la ciudad de Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 1979

Cabrales R. R. Rendimiento en la semilla y análisis de la calidad del aceite de Higuierilla. Universidad de Córdoba. 2010.

Cardona A. C. A.; Orrego A., C. E.; Gutierrez M.L. F. 2009. La higuierilla: una alternativa agroindustrial. Universidad Nacional de Colombia, sede Manizales. Ed. Artes Gráficas Tizán. 89 p.

Cecchi, H. M. Fundamentos teóricos e prático-semanálise de alimentos. Editora da UNICAMP: 2º Ed. rev.- Campinas, SP, editora da UNICAMP, 2003. 207p.

Cisneros D., Díaz A. Obtención de aceite de la nuez *caryodendronorinocense* originaria del departamento del caquetá en la planta piloto de la universidad de la Salle. (tesis). Universidad de la Salle, 2006. 87p.

Corpoica. Biblioteca digital agropecuaria de Colombia. Red de investigación participativa en el cultivo de la higuera (ricinus communis en Colombia). 2014. [20-Feb-2014]. Disponible en <http://www.corpoica.org.co>.

Diamond A. A. F., Cultivo del ricino una alternativa sustentable para el uso de suelos degradados. [20-feb-2014]. Disponible en: <http://www.epocaecologica.com/ediciones/14/ricino.pdf>.

Herrera R. J. y Velez J. Caracterización y aprovechamiento del aceite residual de frituras para la obtención de combustible. Universidad Tecnológica de Pereira. 2010.

Higueroil de Colombia. Ficha técnica higuera negra seleccionada, Abril de 2011. [20-Feb-2014]. Disponible en <http://pinec.com.co/higueroil/>.

Jaimes B. E. y Delgado S. J. Estudio de prefactibilidad para la creación de una planta productiva de aceite de Higuera en la ciudad de Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. 2010.

Liv S. S. Curso sobre el cultivo de Higuera. Investigadores de EMBRAPA-Brasil. 2005.

López L. B. Cultivos industriales. Ediciones Mundi-Prensa. Madrid, 2002, 493-495, 506, 512, 524p.

Moretto E., Fett R. Definição de óleos e Gorduras tecnologia de óleos e gorduras vegetais na indústria de alimentos. São Paulo. Varela, 1998. 144 p.

Mutlu H., Meier M. A. R. 2010. Castor oil as a renewable resource for the chemical industry. En: Eur. J. Lipid Sci. Technol. 112: 10–30.

Navas A. A. 2009. Tercer informe técnico de avances proyecto “evaluación de cultivares foráneos y generación de variedades colombianas de higuierilla para la producción de biodiesel y otros usos en la industria”. CORPOICA, Septiembre. 14 p.

Nuñez C., Extracciones con soxhlet, 2008. [07-Abr-2014]. Disponible en: <http://www.cnunez.com.ar>.

Ogunniyi, D.S., Castor oil: a vital industrial raw material. *Bioresource technology*, 2006. 97(9): p. 1086-91.

Ribeiro E. P., Seravalli E. A. G. *Química de Alimentos*. 2004, 194p.

Santos, R. F. dos., Barros, A. L., Marques, F. M.; Firmino, P. de T., Requião, L. E. G. Análise Econômica. In: Azevedo, D.M.P. de.; LIMA, E.F. (eds.). *O agronegócio da mamona no Brasil: EMBRAPA-SPI*, 2001, 17-35p.

Severino S. L., Cardoso D. G., Do Vale S. L., Dos Santos W. J. 2004. Método para determinação da área foliar da mamoneira. En: *Revista Brasileira Oleaginosas Fribrosas*. Campina Grande. 8(1): 753-762. Janeiro-abril.

Vásquez L. A., et al. “Observaciones preliminares en la caracterización y zonificación del cultivo de higuierilla en Colombia,” CORPOICA. Primer Congreso Internacional de Higuierilla. Abril 18 al 20 de 2007.

Vivas C. A. Estudio y obtención de biodiesel a partir de residuos grasos de origen bovino. Universidad Tecnológica de Pereira. 2010.

## ANEXOS

### ANEXO A. Determinación de la densidad

#### Reactivos y Equipos

- Picnómetro Gay-Lussac con capacidad de 2 ml.

#### Determinación

Se remueve el tapón esmerilado y se llena el picnómetro con agua destilada. Se coloca el tapón esmerilado. Se pesa el picnómetro lleno con el tapón esmerilado con aproximación a 0,1 g. Se limpia y se seca completamente el picnómetro. Se pesa con aproximación de 0,1 g, el picnómetro vacío con el tapón esmerilado. Se llena el picnómetro con la muestra de ensayo y se coloca el tapón esmerilado, teniendo cuidado de no incluir burbujas de aire. Se pesa el picnómetro lleno con el tapón esmerilado con aproximación a 0,1 g. Se pesa el picnómetro dos veces más.

#### Cálculo

Se calcula la densidad de la muestra de la siguiente manera,

$$\rho = \frac{P_m - P_v}{P_a - P_v}$$

$\rho$  = Densidad de la muestra

$P_m$  = Peso picnómetro con la muestra

$P_a$  = Peso picnómetro con agua destilada

$P_v$  = Peso picnómetro vacío

## **ANEXO B. Determinación del índice de refracción**

### **Reactivos y Equipos**

- Metanol con pureza de 99.8% (Merck), para limpiar el prisma del refractómetro.
- Refractómetro del tipo Abbe.

### **Determinación**

Inmediatamente antes de la medición, se baja la parte móvil del prisma hasta una posición horizontal. Se limpia la superficie del prisma con un paño suave y luego con un trozo de algodón humedecido con unas gotas de metanol. Se deja secar.

Se mide el índice de refracción de la muestra de ensayo, a 25 °C de temperatura.

Se lee el índice de refracción con aproximación a 0,0001 como un valor absoluto.

Inmediatamente después de la medición se limpia la superficie del prisma con un paño suave y luego con un trozo de algodón humedecido con unas gotas de metanol. Se deja secar. Se mide el índice de refracción dos veces más.

## ANEXO C. Determinación del índice de acidez

### Reactivos y Equipos

- Solvente A: etanol, fracción de volumen 96%
- Solvente B: éter dietílico, libre de peróxido.
- Mezcla solventes: se mezclan volúmenes iguales de los solventes A y B.
- Hidróxido de sodio, solución volumétrica  $c(\text{NaOH}) = 0,05 \text{ mol/L}$
- Fenolftaleína como indicador
- Bureta de 25 ml de capacidad
- Balanza analítica
- Matraces volumétricos graduados
- Porción de ensayo: 1 g de aceite

### Determinación

Se pesa la porción de ensayo en un matraz de 250 ml. Se adicionan 25 ml de la mezcla de solvente neutralizada y se disuelve para ensayo.

Después de la adición de 2 gotas de fenolftaleína, se titula con movimiento circular constante utilizando la solución normalizada de hidróxido de sodio. El punto final de la titulación se alcanza cuando la adición de una sola gota de álcali produce un cambio de color leve pero definido que persiste por lo menos durante 15 segundos. Se realiza la determinación dos veces para la misma muestra.

### Cálculo

El valor ácido  $W_{AV}$  se obtiene por la fórmula:

$$W_{AB} = \frac{56,1 * C * V}{m}$$

*C = es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución normalizada volumétrica de hidróxido de sodio utilizada*

*V = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de hidróxido de sodio utilizada*

*m = es la masa, en gramos, de la porción para ensayo*

El contenido de ácidos grasos libres  $W_{FFA}$

$$W_{FFA} = 0,5 * W_{AV}$$

La acidez o contenido de ácidos grasos libres,  $W_{FFA}$ , expresada como un porcentaje de fracción de masa, y de acuerdo con el ácido oleico es igual a:

$$W_{FFA} = \frac{V * C * M * 100}{1000 * m}$$

*C = es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución normalizada volumétrica de hidróxido de sodio utilizada*

*V = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de hidróxido de sodio utilizada*

*m = es la masa, en gramos, de la porción para ensayo*

*M = es la masa molar, del ácido oleico = 282*

## **ANEXO D. Determinación del índice de saponificación**

### **Reactivos y Equipos**

- Hidróxido de potasio,  $c(\text{KOH}) = 0,5 \text{ mol/l}$  solución en 95% (V/V) etanol.
- Solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico,  $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$ .
- Fenolftaleína 10 g/l solución en 95% (V/V) etanol. Este es el indicador.
- Balón de 150 ml de capacidad resistente al calor y con cuello esmerilado.
- Condensador de reflujo con una junta de vidrio esmerilado que encaje en el balón
- Manta de calentamiento
- Bureta de 50 ml de capacidad, graduada en divisiones de 0,1 ml.
- Pipeta de 25 ml de capacidad.
- Porción de ensayo son 2g de aceite.

### **Determinación**

Se añaden al balón la porción de ensayo, 12,5 ml de solución de hidróxido de potasio en etanol. Se conecta el condensador de reflujo al balón, se coloca este sobre el dispositivo de calentamiento y se deja ebulir ligeramente por 1 hora. Se añaden a la solución caliente 0,5 ml de solución fenolftaleína y se titula con la solución volumétrica de ácido clorhídrico estándar hasta que desaparezca el color rosa indicador. Se realiza un ensayo en blanco con el mismo proceso descrito anteriormente con 12,5 ml de solución etanólica de hidróxido de potasio pero omitiendo la porción de ensayo. Se realizan dos determinaciones de la misma muestra de ensayo.

## Cálculo

El índice de saponificación  $I_s$  se obtiene por la fórmula:

$$I_s = (V_0 - V_1) * C * 56,1/m$$

$V_0$  = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica normalizada de ácido clorhídrico que se usa para el ensayo en blanco

$V_1$  = es el volumen, en mililitros, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico que se usa para la determinación.

$C$  = es la concentración exacta, en moles por litro, de la solución volumétrica estándar de ácido clorhídrico

$m$  = es la masa , en gramos, de la porción de ensayo

## ANEXO E. Condiciones de operación del cromatógrafo de gases

**Tabla E1.** Columna y condiciones de operación para el cromatógrafo de gases acoplado a la espectrometría de masas para la identificación de PHA.

Columna	Wax-DB5MS
Altura de la columna	30 m
Diámetro de la columna	250 $\mu$
Gas fase móvil	Helio
Temperatura del inyector	250 °C
Volumen de la muestra	1 $\mu$ l
Programa de temperatura del horno	80 °C
	rampa de 5°C por min a 300 °C
	mantener a 300°C por 30 min
Detector	espectrofotómetro de masas
Rango escáner	42-300 EI+

**ANEXO F.** Análisis estadístico para la cantidad de aceite extraído.

**Tabla F1.** Estimación del efecto de los factores en la cantidad de aceite extraído

	<b>CONTRASTE</b>	<b>EFFECTOS</b>
<b>A</b>	23,9	1,9916
<b>B</b>	-6,3	-0,525
<b>C</b>	22,14	1,845
<b>AB</b>	-3,4	-0,2833
<b>AC</b>	4,6	0,3833
<b>BC</b>	-4,64	-0,3866
<b>ABC</b>	-0,66	-0,055

**Tabla F2.** Prueba estadística (ANOVA) para la cantidad de aceite extraído

	<b>SUMA CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>Fo</b>
<b>A</b>	23,8004	1	23,8004	117,8068
<b>B</b>	1,6537	1	1,6537	8,1856
<b>C</b>	20,4241	1	20,4241	101,0950
<b>AB</b>	0,4816	1	0,4816	2,3841
<b>AC</b>	0,8816	1	0,8816	4,3640
<b>BC</b>	0,8970	1	0,8970	4,4402
<b>ABC</b>	0,0181	1	0,0181	0,0898
<b>ERROR</b>	3,2324	16	0,2020	
<b>TOTAL</b>	51,3893	23		

**ANEXO G.** Análisis estadístico para el índice de refracción

**Tabla G1.** Estimación del efecto de los factores en índice de refracción del aceite extraído

	<b>CONTRASTE</b>	<b>EFFECTOS</b>
<b>A</b>	-0,0223	-0,0018
<b>B</b>	0,2029	0,0169
<b>C</b>	-0,0541	-0,0045
<b>AB</b>	-0,0079	-0,0006
<b>AC</b>	-0,0441	-0,0037
<b>BC</b>	0,0623	0,0052
<b>ABC</b>	0,0459	0,0038

**Tabla G2.** Prueba estadística (ANOVA) para el índice de refracción del aceite

	<b>SUMA CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>Fo</b>
<b>A</b>	2,0720E-05	1	2,0720E-05	5,3941
<b>B</b>	0,0017	1	0,0017	446,5604
<b>C</b>	0,0001	1	0,0001	31,7475
<b>AB</b>	2,6004E-06	1	2,6004E-06	0,6769
<b>AC</b>	8,1033E-05	1	8,1033E-05	21,0956
<b>BC</b>	0,0001	1	0,0001	42,1009
<b>ABC</b>	8,7783E-05	1	8,7783E-05	22,8529
<b>ERROR</b>	6,146E-05	16	3,8412E-06	
<b>TOTAL</b>	0,0022	23		

## ANEXO H. Análisis estadístico para la densidad

**Tabla H1.** Estimación del efecto de los factores en la densidad del aceite extraído

	<b>CONTRASTE</b>	<b>EFFECTOS</b>
<b>A</b>	-4,2635	-0,3553
<b>B</b>	1,6345	0,1362
<b>C</b>	-0,3575	-0,0298
<b>AB</b>	0,5265	0,0439
<b>AC</b>	-0,2995	-0,0249
<b>BC</b>	-0,0095	-0,0008
<b>ABC</b>	0,0605	0,0050

**Tabla H2.** Prueba estadística (ANOVA) para la densidad del aceite extraído

	<b>SUMA CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>Fo</b>
<b>A</b>	0,7573	1	0,7573	8438,9193
<b>B</b>	0,1113	1	0,1113	1240,2926
<b>C</b>	0,0053	1	0,0053	59,3343
<b>AB</b>	0,0115	1	0,0115	128,6918
<b>AC</b>	0,0037	1	0,0037	41,6435
<b>BC</b>	3,7604E-06	1	3,7604E-06	0,0418
<b>ABC</b>	0,0001	1	0,0001	1,6992

<b>ERROR</b>	0,0014	16	8,975E-05	
<b>TOTAL</b>	0,8909	23		

**ANEXO J.** Análisis estadístico para el índice de acidez

**Tabla J1.** Estimación del efecto de los factores en el índice de acidez y acidez del aceite extraído

	<b>CONTRASTE</b>	<b>EFFECTOS</b>
<b>A</b>	96,2025	8,0169
<b>B</b>	370,9685	30,9140
<b>C</b>	-15,4885	-1,2907
<b>AB</b>	98,7275	8,2273
<b>AC</b>	-1,1995	-0,0999
<b>BC</b>	3,4465	0,2872
<b>ABC</b>	-1,3405	-0,1117

**Tabla J2.** Prueba estadística (ANOVA) para el índice de acidez y acidez del aceite extraído.

	<b>SUMA CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>Fo</b>
<b>A</b>	385,6217	1	385,6217	711,9338
<b>B</b>	5734,0678	1	5734,0678	10586,2226
<b>C</b>	9,9955	1	9,9955	18,4537
<b>AB</b>	406,1299	1	406,1299	749,7961

<b>AC</b>	0,0599	1	0,0599	0,1106
<b>BC</b>	0,4949	1	0,4949	0,9137
<b>ABC</b>	0,0748	1	0,0748	0,1382
<b>ERROR</b>	8,6664	16	0,5416	
<b>TOTAL</b>	6545,1112	23		

**ANEXO K.** Análisis estadístico para el índice de saponificación

**Tabla K1.** Estimación del efecto de los factores en el índice de saponificación del aceite extraído

	<b>CONTRASTE</b>	<b>EFFECTOS</b>
<b>A</b>	-86,4654	-7,2054
<b>B</b>	135,6924	11,3077
<b>C</b>	36,3924	3,0327
<b>AB</b>	135,6916	11,3076
<b>AC</b>	-36,5364	-3,0447
<b>BC</b>	-9,8866	-0,8239
<b>ABC</b>	-9,8874	-0,8239

**Tabla K2.** Prueba estadística (ANOVA) para el índice de saponificación del aceite extraído.

	<b>SUMA CUADRADOS</b>	<b>GRADOS LIBERTAD</b>	<b>CUADRADO MEDIO</b>	<b>Fo</b>
<b>A</b>	311,5110	1	311,5110	396,0682
<b>B</b>	767,1844	1	767,1844	975,4306

<b>C</b>	55,1836	1	55,1836	70,1627
<b>AB</b>	767,1754	1	767,1754	975,4191
<b>AC</b>	55,6211	1	55,6211	70,71912
<b>BC</b>	4,0727	1	4,0727	5,17820
<b>ABC</b>	4,0733	1	4,07336	5,1790
<b>ERROR</b>	12,5841	16	0,7865	
<b>TOTAL</b>	1977,4059	23		