



**FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y
URBANISMO**

**Escuela Académico Profesional De Ingeniería
Agroindustrial Y Comercio Exterior**

TESIS

**EXTRACCIÓN, CARACTERIZACIÓN Y DETERMINACIÓN
DEL TIEMPO DE VIDA ÚTIL, DEL ACEITE DE
SEMILLA DE ZAPOTE (*Matisia cordata*, Bonpl)**

**Para Optar El Título Profesional De Ingeniero
Agroindustrial Y Comercio Exterior**

AUTORES:

MONTEZA ALMEYDA SHEYLA SUSSETY

SAMAMÉ BARBOZA JUAN NEYLL

PIMENTEL – PERU

2016

DEDICATORIA

A mis padres Miguel y Emilia quienes siempre me motivaron a seguir adelante en mi educación junto con su comprensión y apoyo incondicional y a mis hermanos que estuvieron en todo momento a mi lado dándome fuerza y mucho empeño.

Monteza Almeyda Sheyla S.

A mis padres Violeta Barboza Diaz y Aníbal Samamé Mera y a mis hermanos por haberme brindarme todo su apoyo incondicional y su gran afecto para alcanzar esta meta, y a Dios por darme fe, esperanza, sabiduría en mi camino y fuerza para levantarme cuando he caído

Samamé Barboza Juan N.

AGRADECIMIENTO

A Dios por darme la fuerza y valentía para seguir adelante con este proyecto de tesis y no dejar de guiarme ni un segundo, por tener el empeño y no desfallecer en el camino a pesar de los obstáculos que se presentaban y ser perseverante. Así mismo agradecer al ingeniero Walter por mostrarse como guía en el desarrollo de este trabajo.

Monteza Almeyda Sheyla S.

A Dios por haberme brindado la oportunidad de culminar mis estudios al lado de mis seres queridos, así mismo agradecer a mis padres, hermanos, tíos, abuelos, los cuales me han brindado todo el apoyo necesario para poder seguir adelante.

Samamé Barboza Juan N.

ÍNDICE

| | |
|---|----|
| CAPÍTULO I: PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN | 1 |
| 1.1. Situación problemática:..... | 1 |
| 1.2. Formulación del problema..... | 2 |
| 1.3. Delimitación de la Investigación | 2 |
| 1.4. Justificación e importancia | 2 |
| 1.5. Limitaciones de la Investigación..... | 3 |
| 1.6. Objetivos..... | 4 |
| CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO | 5 |
| 2.1. Antecedentes de la investigación..... | 5 |
| 2.2. Estado del arte | 11 |
| 2.3. Bases teóricas - Científicas..... | 17 |
| CAPÍTULO III: MARCO METODOLÓGICO | 25 |
| 3.1. Tipo y diseño de la investigación | 25 |
| 3.2. Población y muestra..... | 26 |
| 3.3. Hipótesis..... | 26 |
| 3.4 Operacionalización | 27 |
| 3.5. Métodos, técnicas e instrumentos de recolección de datos | 28 |
| 3.6. Procedimiento para la recolección de datos. | 42 |
| 3.7. Plan de análisis estadístico de datos | 43 |
| 3.8. Criterios éticos..... | 44 |
| 3.9. Criterios de rigor científicos..... | 45 |
| CAPÍTULO IV: ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS | 47 |
| 4.1. Acondicionamiento de la materia prima | 47 |
| 4.2. Caracterización de aceite de semilla del zapote..... | 53 |
| 4.3. Determinación del tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote..... | 57 |
| 4.4. Discusión de resultados..... | 60 |
| CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES | 64 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS | 66 |
| ANEXOS | 69 |

ÍNDICE DE CUADROS

| | |
|---|----|
| Cuadro 3.1 Operacionalización de variables | 27 |
| Cuadro 3.2 Determinación del rendimiento utilizando temperaturas y solventes | 43 |
| Cuadro 4.1 Porcentaje de Humedad obtenido después del secado | 48 |
| Cuadro 4.2 Rendimiento del aceite de semilla de zapote extraído con solvente éter de petróleo expresado en porcentaje | 48 |
| Cuadro 4.3 Análisis de varianzas de un factor | 49 |
| Cuadro 4.4 Análisis de varianzas para el rendimiento de aceite de semilla de zapote (ANOVA) | 49 |
| Cuadro 4.5 Cromatografía de gases presentes en el aceite de semilla de zapote extraído con solvente hexano | 54 |
| Cuadro 4.6 Cromatografía de gases presentes en el aceite de semilla de zapote extraído con solvente éter de petróleo | 56 |
| Cuadro 4.7 Determinación de la densidad del aceite de semilla de zapote | 56 |
| Cuadro 4.8 Índice de oxidabilidad mediante la determinación del IPO | 58 |
| Cuadro 4.9 Índice de yodo del aceite de semilla de zapote | 60 |

INDICE DE TABLAS

| | |
|---|----|
| Tabla 2.1 Clasificación taxonómica del zapote (<i>Matisia cordata</i> , Bonpl)..... | 17 |
| Tabla 3.1 Rango de oxidación del aceite | 38 |
| Tabla 4.1 Análisis de Varianza para Rendimiento – Suma de Cuadrados Tipo III..... | 49 |
| Tabla 4.2 Tabla de medias por mínimos cuadrados para rendimiento con intervalos de confianza del 95.0%..... | 50 |
| Tabla 4.3 Pruebas de Múltiple Rangos para Rendimiento por Temperatura..... | 51 |
| Tabla 4.4 Diferencias significativa | 51 |

ÍNDICE DE FIGURAS

| | |
|--|----|
| Figura 2.1 Equipo modificado con trampa Clevenger | 14 |
| Figura 2.2 Equipo de escala intermedia..... | 15 |
| Figura 2.3 Equipo de escala piloto..... | 16 |
| Figura 2.4 Semilla del árbol del zapote sin envoltura | 20 |
| Figura 2.2 Semilla del árbol del zapote sin envoltura | 20 |
| Figura 3.1 Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite de semilla de zapote (Matisia cordata, bonpl) mediante el método del solvente | 33 |
| Figura 3.2 Diagrama de flujo de acondicionamiento de la muestra para la caracterización de aceite de semilla de zapote | 34 |
| Figura 3.3 Curva de nivel de oxidación del aceite | 38 |
| Figura 3.4 Procedimiento para la recolección de datos | 42 |
| Figura 4.1 Grafica de interacciones tiempo, temperatura y rendimiento | 52 |
| Figura 4.1 Gráfica de picos con solvente hexano..... | 53 |
| Figura 4.2 Gráfico de picos con solvente de éter de petróleo..... | 55 |
| Figura 4.3 Gráfica de la evolución del índice de peróxidos respecto al tiempo de (temperatura de 60°C) | 59 |

Resumen:

En la región Lambayeque no se da un valor adecuado a la semilla de zapote siendo utilizado como alimento para animales, desaprovechado el aceite contenido en el interior de su semilla, por ende se creyó necesario realizar una extracción de aceite con distintos solventes, además de caracterizar y determinar el tiempo de vida útil para de esta manera aprovechar sus componentes, para ello fue necesario que la semilla sea sometida a un sistema de secado adecuado a sus especificaciones requeridas (5% de humedad), para la extracción del aceite se utilizó el equipo soxhlet, con diferentes solventes (éter de petróleo, hexano y etanol) el mejor rendimiento se obtuvo con el solvente hexano teniendo como rendimiento 9.19%, con un porcentaje de humedad de la semilla de zapote de 7.194%. Los ácidos grasos presentes con el solvente hexano son mayores (8 ácidos grasos) encontrándose en elevadas concentración el ácido araquidónico con 54.904% a diferencia del aceite extraído con solvente éter de petróleo identificando 4 ácidos grasos, siendo el de mayor concentración el ácido Linolelaídico con 58.057%, en tanto a la vida útil del aceite se determinó que tiene un período de 3 a 4 meses por el índice de yodo con un 80.96 (cg de I₂/g).

Palabras clave: Extracción de aceite, cromatografía de gases, enranciamiento, solvente, ácidos grasos, semillas oleaginosas.

Abstract:

In the Lambayeque region it is not given a proper value to the seed of sapodilla being used as animal feed, wasted the oil contained inside the seed thus believed necessary to perform oil extraction with different solvents, and characterize and determine the useful to thereby leverage its components life, it was necessary that the seed is subjected to a drying system suitable to your specifications (5% moisture) for oil extraction equipment was used soxhlet with different solvents (petroleum ether, hexane and ethanol) the best performance was obtained with the solvent hexane having as yield 9.19%, with a moisture sapote seed of 7.194%. The fatty acids present in the solvent hexane are older (8 fatty acids) was found in high concentration arachidonic acid with 54,904% unlike the oil extracted with solvent petroleum ether identifying four fatty acids, with the highest concentration the Linoleaídico acid 58057 %, while the oil life was determined to have a period of 3 to 4 months for the iodine with 80.96 (12 cg / g).

Keyword: oil extraction, gas chromatography, rancidity, solvents, fatty acids, oilseeds.

Introducción:

La extracción de aceites a partir de semillas oleaginosas por métodos tradicionales como el prensado origina una pérdida en cuanto al rendimiento de aceite extraído. La aplicación de una fuerza externa como es el prensado, produjo una serie de alteraciones tanto a nivel microscópico como macroscópico ocasionando que el aceite fluya fuera de los gránulos y pese a esto parte del aceite no haya sido extraído, quedando adherido en la masa triturada, perdiéndose una cantidad de aceite (Mattea,1999).

Para realizar la mejor extracción de aceite de semilla de zapote (*Matisia cordaba, Bonpl*) y poder obtener un aceite de buena calidad, es necesario precisar qué tipo de extracción es la más apropiada, contando con el método de extracción por solvente el cual es más adecuado por el bajo contenido de aceite presente en la semilla.

En la región de Lambayeque el fruto del zapote (*Matisia cordaba, Bonpl*) no ha sido estudiado en su totalidad y más aún cuando se sabe que el aceite que contiene su semilla es muy provechoso.

Existen muchos factores que influyen en la pérdida de calidad sobre todo en el valor nutritivo de las semillas, produciendo impuestos volátiles e imparten olores y sabores desagradables debido a la exposición a la luz solar, el contacto con el oxígeno del aire, la temperatura, el grado de humedad y acidez.

Hoy en día se ha dedicado una atención especial al desarrollo de nuevas técnicas que permitan un control más efectivo que el proceso de oxidación. La mejor opción para extraer y determinar los compuestos del aceite se pueden realizar mediante la extracción por solvente.

En cuanto a la información del aceite de la semilla de zapote que se ha podido recopilar es poca, puesto que no se han realizado estudios acerca

de este tema, es por ello que el objetivo de esta tesis es poder extraer, caracterizar y determinar el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordaba*, Bonpl).

CAPÍTULO I: PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Situación problemática:

La extracción de aceites a partir de semillas oleaginosas por métodos tradicionales son utilizados en semillas con alto contenido de aceites, ya que este se encuentra en el interior de su estructura celular dentro de pequeños orgánulos de forma esférica (esferosomas), rodeada por una fina membrana. La aplicación de una fuerza externa durante el prensado, produce una serie de alteraciones (deformaciones) tanto a nivel microscópico (células) como macroscópico ello ocasiona que el aceite fluya fuera de los gránulos y pese a esto parte del aceite no sea extraído y quede adherido en la masa triturada, perdiéndose una cantidad de aceite (Mattea,1999).

Numerosos factores intervienen en la pérdida de la calidad original de un aceite en su deterioro: la exposición a la luz solar (influye en la pérdida de vitaminas y en el enranciamiento), el contacto con el oxígeno del aire (provoca las mismas pérdidas y alteraciones la exposición solar), la temperatura (puede destruir, inactivar o hacer que se reproduzcan rápidamente los gérmenes), el grado de humedad (favorece o impide el desarrollo bacteriano y el enmohecimiento) y de acidez (permite minimizar la pérdida de ciertas vitaminas) (Labuza, 1972).

El aceite que contiene la semilla del zapote (*Matisia cordata Bonpl*) es poco utilizada en nivel industrial, esto genera una carencia de aprovechamiento en su semilla haciendo que las personas pierdan interés en una parte importante la fruta que es considerada como un residuo lo que conlleva a que no sea aprovechada en su totalidad. Además de la falta de investigación por lo que se desconoce los compuestos que pueden ser aprovechados por el hombre para diversos

usos así mismo existe un vacío en la investigación en el índice de estabilidad oxidativa, de tal manera que no se pueda precisar con exactitud el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote por lo que en nuestra región no se ha podido encontrar actualmente estudios realizados acerca de este tema.

1.2. Formulación del problema

¿Determinar el rendimiento de extracción del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl) utilizando diferentes tipos de solventes (éter de petróleo, hexano, etanol), para la caracterización y determinación del tiempo de vida útil del aceite extraído?

1.3. Delimitación de la Investigación

La presente investigación se desarrolló acopiando el fruto del zapote de la provincia de Motupe, la extracción por solvente y los análisis para la determinación del tiempo de vida útil se efectuaron en la Universidad Señor de Sipán donde se contó con los equipos necesarios, para los análisis de caracterización específicamente la cromatografía de gases se ejecutó en la Universidad Nacional del Santa – Chimbote.

1.4. Justificación e importancia

Existen muchos métodos de obtención de extractos vegetales (oleaginosos), sin embargo en este apartado se habla de una extracción sólido-líquido en el equipo Soxhlet, donde se debe establecer los parámetros de extracción para lograr la estandarización del proceso, esto garantiza la eficacia y el rendimiento del producto.

Para una extracción óptima es necesario que las semillas contengan un porcentaje mínimo de humedad de (aproximadamente 5%) para favorecer al proceso. El proceso de extracción mediante el prensado aplicadas a semillas oleaginosas con alto contenido de aceite dejan un residuo aproximado de un 6%; es por ello que la extracción por solvente

es especialmente ventajosa en el tratamiento de semillas con un contenido bajo de aceite, éste es un procedimiento muy eficaz para la extracción de aceites vegetales y puede reducir el contenido de aceites de las semillas oleaginosas hasta menos de un 1% a la extracción debe preceder la limpieza y trituración de la semilla. Esta trituración tiene por finalidad abrir las células y facilitar la salida del aceite (Martínez, 2010).

Hoy en día la atención se ha enfocado al desarrollo de nuevas técnicas que permitan un control más efectivo que el proceso de oxidación de aceites. La mejor opción para extraer y determinar los compuestos se pueden realizar mediante la extracción por solvente.

Es por ello que el objetivo de la investigación del proyecto pretende extraer, caracterizar y determinar el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

1.5. Limitaciones de la Investigación

La presente investigación tiene como limitaciones el acopio del zapote puesto que la fruta es cosechada por temporadas que presentan meses desde el mes de febrero hasta finales del mes de mayo.

1.6. Objetivos

General

Extraer, caracterizar y determinar el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

Específicos

Extraer y determinar el rendimiento de aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl) utilizando diferentes tipos de solvente (éter de petróleo, hexano y etanol).

Realizar cromatografía de gases del aceite de la semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

Determinar el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl) analizando los índices de oxidación, índice de peróxidos e índice de yodo.

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

2.1. Antecedentes de la investigación.

Tesis: Caracterización fisicoquímica del aceite de semillas de uva extraído con solvente en frío

Autores: Beatriz Navas. H.

Universidad: Instituto de Química y Tecnología. Facultad de Agronomía.
Universidad Central de Venezuela.

Año: 2010

Resumen:

En esta investigación se caracterizó el aceite de semillas de uva (*Vitis vinífera*), obtenido por extracción con solvente en frío. Las semillas que consistieron de mezclas de las variedades tempranillo, merlot y syrah fueron molidas y fraccionadas a distintos tamaños de partículas, el aceite obtenido a partir de éstas fue analizado mediante parámetros físico-químicos (índice de refracción, índice de yodo, densidad y viscosidad), índices de calidad (acidez libre, índice de peróxidos y absorbancia en el ultravioleta k232 y k270), composición en ácidos grasos y contenidos en tocoferoles, tocotrienoles y fitoesteroles. Los resultados mostraron valores de índice de yodo, densidad y viscosidad dentro de los intervalos establecidos por la literatura para aceite de semillas de uva, mientras que el índice de refracción resultó ligeramente inferior. En cuanto a los índices de calidad, los valores en todos los casos se encuentran por debajo del límite máximo permitido por el Codex Alimentarius. En el perfil de ácidos grasos destaca el elevado contenido del ácido linoleico y la

presencia de ácidos grasos de cadena larga como los ácidos araquídico, gadolénico y behénico solo en las harinas de fracciones más finas. En el contenido de tocoferoles y tocotrienoles resalta el α y γ tocotrienoles, con valores de 205,2 a 213,1 y 256,6 a 395,8 mg.kg^{-1} para cada isómero, respectivamente. En la composición de fitoesteroles resultó mayoritario el β sitosterol, con valores promedios de 63%.

Tesis: Obtención de aceite de semilla de mango manila (*Mangifera indica L.*) como una alternativa para aprovechar subproductos agroindustriales en regiones tropicales.

Autores: Magaly Tapia Santos, Beatriz Pérez Armendáriz,
Judith Cavazos Arroyo, Yésica Mayett Moreno

Revista: Revista Mexicana de Agronegocios, vol. XVII, núm. 32

Año: 2013

Resumen:

El aprovechamiento de subproductos y de residuos agrícolas en México y en específico en zonas tropicales es un área con gran potencial económico. En algunas regiones de México es necesario generar nuevos productos industriales con un alto valor agregado para incrementar el desarrollo regional. En este trabajo se evaluaron dos diferentes solventes (éter de petróleo y éter etílico) y el tamaño de muestra (3 y 6 g) en un diseño factorial 2^2 , para optimizar el proceso de extracción de la grasa de la semilla de mango. Se realizó además la caracterización química de la grasa obtenida. Los resultados mostraron que sí existe una diferencia significativa en los solventes empleados, obteniéndose mayor cantidad de aceite con el éter etílico. Respecto al tamaño de muestra no se mostró

ninguna diferencia significativa ($= 0.01$), los porcentajes de extracción de grasa en promedio para las muestras fueron del 5.5%. Las características químicas del aceite de semilla de mango mostraron tener una mayor relación de grasas insaturadas (53.7%) que de grasas saturadas (45.2%). El ácido oleico fue el de mayor proporción (45.6%). El aceite obtenido mostró una humedad menor al 0.2% y una concentración de ácidos grasos libres del 2%.

Tesis: Caracterización de la semilla y el aceite de chía (*salvia hispánica* L.) obtenido mediante distintos procesos.

Autores: Vanesa Y. Ixtaina

Universidad: Universidad Nacional de la Plata - Argentina

Año: 2010

Resumen:

En los últimos años existe una búsqueda y revalorización de sustratos provenientes de fuentes naturales que presenten constituyentes y/o productos derivados aplicables al desarrollo de alimentos, los cuales incidan en la nutrición mediante el aporte simultáneo de efectos benéficos para la salud. En ese contexto se encuentra la chía (*Salvia hispanica* L.), especie vegetal originaria del sudeste de EEUU y noroeste de América Central (México, Guatemala). Los pueblos asentados en esas regiones han consumido las semillas de este cultivo desde épocas precolombinas habiendo constituido un elemento básico de la dieta de los pueblos azteca y del oeste norteamericano. En nuestro país, su creciente expansión en las provincias del noroeste puede representar un aporte tendiente a la

diversificación de la producción agrícola, con el consecuente impacto socioeconómico en dicha región.

Así, las cualidades nutricionales de la semilla de chía y de los productos derivados de la misma han comenzado a ser revalorizados dado su elevado contenido de ácidos grasos ω -3, fibra dietaria, proteínas y antioxidantes, ofreciendo una nueva oportunidad para mejorar la nutrición humana.

En el Capítulo II, se realiza una caracterización de las semillas de chía oscuras y blancas provenientes de dos orígenes geográficos diferentes (Argentina y Guatemala) en lo referido a sus aspectos morfológicos mediante el estudio de su forma y tamaño (largo, ancho y espesor, diámetro geométrico, área superficial específica, relación de aspecto), propiedades gravimétricas (peso de mil semillas, densidad real, densidad aparente, porosidad, diámetro equivalente, esfericidad) así como en sus propiedades friccionales (ángulo de reposo y coeficiente estático de fricción). Por otra parte, se analiza la microestructura a través de observaciones de las semillas enteras y de cortes longitudinales de las mismas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), realizándose además su caracterización fisicoquímica.

En el Capítulo III, se analizan los procesos convencionales de obtención de aceite de chía (extracción por solventes y prensado), estudiando la influencia de los mismos sobre los componentes mayoritarios (composición acídica y triacilglicerídica) y minoritarios (tocoferoles, antioxidantes fenólicos, fosfolípidos, ceras, metales) del mismo, sus índices de calidad y genuinidad así como sus propiedades

térmicas (curvas de fusión) mediante calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Tesis: Obtención y caracterización del aceite de las semillas de *Vitis labrusca* L. (*Uva isabella*) y evaluación de su actividad antioxidante.

Autores: Natalia Toro Zapata, Liseth Suárez Osorio

Universidad: Universidad Tecnológica de Pereira – Colombia.

Año: 2012

Resumen:

Se llevó a cabo la caracterización física y química del aceite de las semillas de *Vitis labrusca* L. (uva Isabella), obtenidas como desecho del procesamiento de la pulpa para jugo, siguiendo los procedimientos descritos en las normas ICONTEC para grasas y aceites. Las semillas fueron lavadas y secadas (durante 2 días a 40°C), luego fueron molidas en presencia de nitrógeno líquido; la extracción se realizó con n-hexano. Los parámetros físicos evaluados fueron: densidad (0.9246g/cm³) e índice de refracción (1.4753 a 23°C). Los químicos: índice de acidez (2,1870 % de ácido oleico), índice de peróxidos (0 meq de O₂/Kg), índice de saponificación (175.1161) meq KOH/g) e índice de yodo (136.6853 cg de I₂/g). Según el análisis por Cromatografía de gases-espectrometría de masas, los ácidos grasos mayoritarios son el ácido linoleico conjugado (53,843%), el oleico (E) (24,671 %) y el palmítico (13,922 %). De acuerdo con el análisis de vitamina E por CLAE, en el aceite están presentes los siguientes

isómeros de tocoferoles y tocotrienoles: Tocotrienol, Tocotrienol, Tocotrienol, -Tocoferol, Tocoferol, Tocoferol.

En la materia insaponificable, se identificaron los siguientes fitoesteroles: Campesterol (9,691%), Estigmasterol (10,161%), Campestanol (7,276%), siendo el Beta-sitosterol el mayoritario (72,870%). La actividad antioxidante (capacidad captadora de radicales libres) se determinó empleando el parámetro del IC50 (42,62% de inhibición). Se realizó el seguimiento de estabilidad del aceite de las semillas de uva Isabella mediante el estudio del índice de acidez y peróxidos durante dos meses consecutivos, se observó que se puede obtener un aceite estable hasta la cuarta semana después de su extracción, pasado este tiempo, el aceite sufre un acelerado proceso de degradación oxidativa.

Tesis: Extracción y caracterización del aceite esencial de mandarina obtenido de residuos agroindustriales

Autores: Carolina Navarrete, Jesus Gil, Diego Durango, Carlos García

Universidad: Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín

Año: 2010

Resumen:

En los últimos años, la agroindustria de cítricos nacional ha mostrado un dinamismo significativo, originado por la expansión del mercado de los derivados de frutas. Esta actividad ha conllevado a la generación de una gran cantidad de residuos, los cuales tienen potencialidad como material de partida para la elaboración de

productos comerciales con alto valor agregado como: aceites esenciales (AE), aceites fijos y fibras entre otros. Los AE tienen una importante demanda en la industria de alimentos, farmacéutica y de cosméticos. Este trabajo describe la extracción y caracterización del AE de mandarina obtenido, mediante arrastre con vapor, a partir de desechos agroindustriales. Se evaluó el efecto de la presión de vapor, el espesor y el número de capas del material vegetal, sobre el rendimiento y calidad del AE. Las condiciones de operación fueron ajustadas de acuerdo con las características de diseño de la planta de extracción de industrial local.

2.2. Estado del arte

En los últimos años, se ha intensificado el interés por la obtención de aceites a través de tecnologías de prensado debido a sus bajos rendimientos, actualmente, bajo consideraciones de protección ambiental, este proceso está cobrando nuevamente Interés (Bockisch, 1998).

Se basa en el hecho de que un componente (soluto) se distribuye entre dos fases según la relación de equilibrio determinada por la naturaleza del componente y las dos fases (Bockish, 1998).

Se realizaron experiencias con girasol parcialmente descascarado en un sistema "batch", estudiando la influencia de la granulometría, el contenido de humedad, la temperatura de extracción y la relación sólido-solvente. Estos autores determinaron que la etapa limitante es la difusiva y que la extracción aumenta cuando disminuye el tamaño de partícula y se incrementa la temperatura de extracción (Patricelli et al (1979)).

En la mayoría de los molinos aceiteros la extracción se realiza con prensas de tornillo, como paso previo a la extracción con solventes o directamente como proceso en sí.

Una alternativa al prensado convencional es el proceso de prensado en frío, en el cual la materia prima no se somete a calentamiento previo o durante la extracción, lo cual permite la retención de una mayor cantidad de compuestos fitoquímicos de interés como algunos antioxidantes naturales. La prensa utilizada comúnmente es la de tornillo helicoidal, aplicando una presión de molienda a las semillas. Otro tipo de prensa es la que aplica presión directamente sobre las semillas ubicadas en un barril con orificios a los costados lo cual permite el escurrimiento del aceite (Parker y col., 2003).

En el caso de la obtención de aceites vegetales no tradicionales, el prensado, tanto mediante prensa hidráulica como de tornillo, provee un método sencillo para obtener aceites de pequeños lotes de semillas (Zheng, A. 2003).

A pesar que los rendimientos en aceite obtenidos mediante esta tecnología son menores que en la extracción por solvente, resulta apropiado para materiales con alto contenido en aceite, requiere instalaciones menos costosas e implican operaciones más seguras y de menor riesgo para el ambiente. El principio de extracción por prensado se basa en que cada partícula retiene el aceite en su interior y el objetivo del prensado es lograr que el mismo salga del sistema hacia el exterior. El rendimiento en la extracción por prensa de tornillo depende de varios factores, entre ellos, el acondicionamiento del material, que consiste en una serie de operaciones como la limpieza, molienda, calentamiento,

secado o humedecimiento hasta alcanzar el contenido de humedad óptimo (Fils, 2000; Singh et al, 2002).

El porcentaje de humedad resulta muy importante ya que no sólo aumenta la plasticidad del material sino también contribuye en el prensado por su acción lubricante. Sin embargo, altos contenidos de humedad pueden afectar negativamente la extracción o alterar la calidad química del aceite, por ejemplo mediante la hidrólisis de glicéridos y el consiguiente incremento de la acidez, desarrollaron un expeller de dos etapas, en el cual analizaron la influencia de la humedad del material y de la temperatura de prensado sobre la cantidad de aceite extraído, relacionando estos parámetros con el tiempo de prensado y la energía consumida (Singh & Bargale 2000).

En los tiempos de hoy hay diferentes equipos y técnicas para la extracción de aceites esenciales con procesos a diferentes escalas, métodos para evaluar la cantidad y calidad de los compuestos, mediante cromatografía de gases.

Equipos para extracción de aceites esenciales a diferentes escalas:

No se han realizado modificaciones significativas al proceso original y básico, por lo cual, las mayores modificaciones en los diseños han sido de carácter mecánico, buscando ese mayor contacto y que la materia prima sea calentada lo más rápidamente posible. El mayor inconveniente de este proceso es su condición de semi-continuo, las modificaciones industriales recientes han sido enfocadas a establecer un proceso continuo. En el desarrollo de los procesos de extracción de aceites esenciales CIBNOR ha realizado modificaciones y acondicionamiento a los equipos utilizados a nivel laboratorio.

Existen otros equipos a esta escala, basados en una miniaturización de los equipos piloto, donde el material vegetal forma un lecho fijo, en una

columna de vidrio y el vapor de agua es alimentado continuamente desde un matraz redondo inferior calentado constantemente, que funciona como un generador. Sus limitaciones son el uso de materia prima molida; el flujo del vapor condensado a contracorriente en la columna, que lleva consigo compuestos hidrosolubles y que generan una recirculación indeseable, ya que se pueden degradar estos compuestos y afectar la calidad del aceite obtenido; y la dependencia del flujo de vapor generado con la potencia de la fuente de energía, lo que le resta flexibilidad en el control de este parámetro.



Figura 2.1

Equipo modificado con trampa Clevenger.

Fuente: *Proyecto SAGARPA – CONACYT*

Escala intermedia o banco (bench): Existen numerosos y variados modelos de este tipo. La mayoría de ellos poseen capacidades entre 5 a 50 litros. Son construidos en vidrio Pyrex, acero inoxidable o cobre. Están conformados de un hidrodestilador-generador, es decir el vapor de agua se genera en el mismo recipiente donde se almacena la materia vegetal, separados por medio de una rejilla o cesta. Se carga el hidrodestilador con el material vegetal, cuando el agua alcanza una temperatura cercana a la de ebullición. El vapor generado calienta la planta aromática y arrastra el

aceite vaporizado. La tapa suele ser del tipo “cuello de cisne” o plana. Aunque se prefiere el primero, para favorecer el tiro del vapor. Los condensadores son de doble tubo o de serpentín sumergido en un tanque o con alimentación constante, a contracorriente, de agua fría. El aceite esencial es obtenido en un florentino, a la salida del condensador. El agua floral puede ser reciclada, si el florentino es adaptable para que su brazo lateral se conecte con la sección de generación del vapor del hidrodestilador. Las ventajas son su movilidad; maniobrabilidad; la posibilidad de ser aislados fácilmente; su capacidad de ser instrumentado, para seguir el proceso internamente; la implementación de un control automático; y la confiabilidad y reproducibilidad de los datos experimentales generados, para ajustarlos a modelados fenomenológicos.

Una alternativa optimizada es un equipo de este tipo, pero sin que el vapor sea generado en el mismo recipiente; sino que sea inyectado mediante un distribuidor interno y el vapor provenga de un generador externo disponible



Figura 2.2

Equipo de escala intermedia

Fuente: *Proyecto SAGARPA – CONACYT*

Escala piloto: poseen una capacidad entre 30 a 500 litros. Son contruidos en acero comercial, inoxidable o cobre. Pueden ser de dos tipos: con 20 generador externo o acoplado al hidrodestilador. Están conformados de un hidrodestilador cilíndrico simétrico o de una altura ligeramente mayor al diámetro. El vapor de agua es inyectado por los fondos del equipo o generado en esa sección. La materia prima suele

estar compactada y almacenada en una cesta para su mejor carga y descarga. Los condensadores son de coraza y de varios tubos internos o de un doble serpentín sumergido en un tanque de agua. Los florentinos son diferentes a los de la escala intermedia y del laboratorio. Son decantadores en acero inoxidable, con un cuerpo cónico o cilíndrico y un fondo cónico. El aceite esencial es recogido del florentino y almacenado en otro decantador. Se realiza esta segunda separación dinámica porque el flujo de vapor es alto y el tiempo necesario para que la emulsión aceite-agua se rompa suele ser mayor a la medida en la escala intermedia. Las ventajas son la mayor confianza en los datos experimentales generados, con respecto a los obtenidos a menores escalas, y que se esperan conseguir en una planta industrial; la evaluación económica aplicada a estos equipos, permite conocer con una mayor confianza el costo final del producto; permiten trabajar con materia prima molida, triturada parcialmente, entera o la combinación de ellas, en cualquier proporción; permiten operar con vapor saturado de mayor presión, con lo cual, se puede acelerar el proceso u obtener aceites de calidades diferentes. Los equipos piloto no suelen usarse con propósitos de investigación científica, sino de producción semi-industrial o de confirmación de los resultados a nivel banco (investigación tecnológica) y como centro de ensayos de una planta industrial.



Figura 2.3

Equipo de escala piloto

Fuente: *Proyecto SAGARPA – CONACYT*

Esta planta industrial es un claro ejemplo de las nuevas tendencias tecnológicas para el ahorro energético y de costos de operación. Permite trabajar con cargas grandes de material vegetal fresco, recién cosechado; con un rango versátil de temperaturas para el vapor saturado; la descarga de la materia prima agotada es rápida, lo que permite realizar varias operaciones al día (Rodríguez, 2012).

2.3. Bases teóricas – Científicas

2.3.1. Zapote (*Matisia cordata*, Bonpl)

a. Taxonomía

Tabla 2.1

*Clasificación taxonómica del zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).*

| | |
|-------------------|---|
| Nombre común | Chupa chupa, sapotillo de Perú, sapote sudamericano |
| Nombre científico | <i>Matisia cordata</i> Bonpl. |
| Reino: | Plantae |
| División: | Magnoliophyta |
| Clase: | Magnoliopsida |
| Orden: | Malvales |
| Familia: | Malvaceae |
| Género: | Quararibea |
| Especie: | <i>Quararibea cordata</i> |
| sinonimia | <i>Matisia cordata</i> Bonpl. <i>Quararibea cordata</i> (Bonpl.) García-Barr. & Hern.Cam |

Fuente: Morales L. y Varón T. Árboles Ornamentales en el Valle de Aburrá, Elementos de Manejo, 2006.

b. Morfología

Matisia cordata, Bonpl, árbol es de crecimiento rápido y de porte elevado que alcanza los 30 m cuando es cultivado o está aislado, pero en los bosques llega a tener 40 m de altura. Tronco recto de

50 a 90 cm de diámetro con varias aletas o raíces tablares (sapopemas), con ramificación verticilada. Hojas simples, alternas, peciolo de 20 a 25 cm, limbo subcoriáceo, largo, cordiforme, ápice obtuso, glabras, palminervadas, con 30 a 40 cm de longitud en los individuos jóvenes o en las ramas estériles, pero mucho menores en las ramas floríferas. Flores hermafroditas, fasciculadas en número de tres a seis, amarillas o blanco rosáceo (Geilfus, F. 1994).

Las hojas largamente pecioladas, semi-caducas, alternas, agrupadas en rosetas cerca de los extremos de las ramas, son en gran medida en forma de corazón, normalmente de 6 a 12 pulgadas (15-30 cm) de largo y casi del mismo ancho. Las flores son de 5 pétalos, de tallo corto, de color blanco amarillento o rosadas y alrededor de 1 pulgada (2,5 cm) de ancho, con 5 estambres y pistilos conspicuos y prominentes, nacen masivamente a lo largo de las ramas menores y el tronco (León, J 2009).

Fruto globoso u ovoide que se presenta solitario o en grupos en las ramas viejas, sostenido por un pedúnculo muy fuerte, de 7 a 15 cm de largo por 5 a 15 cm de diámetro, color marrón verdoso, pulverulento, con el cáliz persistente en forma de pezón. Exocarpio o cáscara gruesa, coriáceo, pulpa anaranjada, abundante, jugosa, algo fibrosa, con hasta cinco semillas cuneiformes de 2 a 4 cm cada una (León, J 2009).

Entre las propiedades del zapote tenemos fibras, calcio, fósforo, hierro, vitaminas A, B y C, entre otros nutrientes. En su valor nutricional se tiene en 100 gramos de parte comestible: Energía 73 Kcal, grasa 0.3 gr, carbohidratos 18,8 gr, fibra 0.9 gr, calcio

22.0 mg y fósforo 17.0 mg. El aceite que se extrae de la semilla tiene buena fama como diurético y también es remedio contra la colitis y afecciones cardíacas (Geilfus, F. 1994).

Con frecuencia se encuentran frutos cuyo peso es apenas 200 g (producto de una alta fructificación por árbol), aunque se ha observado frutos que llegan hasta 1,400 g; el promedio está alrededor de 400 g por fruto (Geilfus, F. 1994).

c. Semilla

La semilla del zapote de la variedad mamey se mezcla con el cacao para la elaboración de chocolates y confituras especiales, la semilla además ha servido como fuente de esencia para perfumería. El aceite de semilla de zapote mamey ha sido usado para la fabricación de jabones, ungüento para la piel, acondicionador para el cabello y como sedativo para padecimientos de los ojos y oídos. Algunos reportes sobre medicina tradicional le otorgan también, a la semilla efectos positivos en el tratamiento de problemas coronarios, reumáticos y renales (Morera, 1994; Morton, 1987).

El contenido de lípidos de la semilla de zapote mamey puede fluctuar entre 40 y 60 % cuestión de por sí misma le otorga una gran potencialidad como fuente alterna de grasas y aceites de origen vegetal, con un contenido de ácido palmítico (16 carbonos saturado), ácido esteárico (18 carbonos saturado), ácido oleico (18 carbonos mono Insaturado), ácido linoleico (18 carbonos con dos instauraciones) y ácido araquidónico (20 carbonos poliinsaturado) (Tapia, S. 2000).



Figura 2.4

Semilla del árbol de zapote con envoltura (Matisia cordata Bonpl).

Fuente: *Rarepalmseeds*



Figura 2.5

Semilla del árbol de zapote sin envoltura (Matisia cordata Bonpl)

Fuente: *Tropical Fruit Forum r*

d. Variedades

Algunos de los frutos producidos en la Florida parecen ser de calidad superior a la media. Se reportó que en el norte de Perú, hay un tipo con poca fibra y sabor superior.

e. Suelo

El árbol alcanza dimensiones máximas en los suelos bajos, húmedos y profundos de los bosques de América del Sur, sin embargo, crece bien en cultivo en las laderas de los Andes y parece tolerar la sequía y la piedra caliza oolítica del cordón litoral sur de la Florida cuando se enriquece con tierra vegetal y se fertiliza.

f. Composición química y valor nutricional:

La composición porcentual del fruto es de 82,4% de pulpa, 14,0% de cáscara y 3,6% de semillas.

2.3.2. Procesos de extracción de aceite

Extracción por prensado

Una prensa consta de una jaula que posee un diámetro constante desde el comienzo al final, la cual aloja al tornillo sinfín cuyo eje aumenta en esta dirección, con el fin de mantener la presión como compensación de la reducción de volumen causada por la pérdida del aceite extraído. El diámetro de la salida de la torta, y el diseño del tornillo determina la presión dentro de la prensa. Se pueden alcanzar presiones de hasta 3000 bar provocando temperaturas de hasta 170°C dependiendo del tipo de prensa. En condiciones normales, para pre-prensado se alcanzan 30-40 bar en combinación con una temperatura de aproximadamente 95°C; para prensado directo el objetivo es alcanzar 400 bar en combinación con 115-125°C y por lo tanto, no puede ser denominado “prensado en frío”. El proceso de extracción por prensado es influenciado por varios parámetros tales como el contenido de humedad de la semilla, la capacidad de la prensa y la potencia aplicada. El aceite

obtenido por prensado debe ser posteriormente purificado mediante el uso de separadores, filtros y decantadores (Bockisch, 1998).

Extracción por solvente

En la transferencia del aceite desde el sólido hasta el solvente/miscela se presentan distintos mecanismos: el material a extraer se pone en contacto con el solvente, el cual inunda los poros intra-partícula y disuelve el aceite formando la miscela, cuya composición queda establecida por el equilibrio logrado con el aceite contenido en el sólido. A través de esta miscela, el aceite difunde hacia el exterior de la partícula y posteriormente, es transportado hacia la salida del lecho por la corriente global. Cabe señalar que el lavado o arrastre del aceite desde su superficie es tan importante como la difusión del aceite dentro del sólido. El tipo de contacto es un factor de relevante importancia en la eficiencia de esta operación (Demarco, 2009).

En operaciones a gran escala, la extracción con disolventes es un medio más económico de obtención de aceite que la extracción por presión, y su aplicación va aumentando rápidamente, especialmente para la obtención de aceite de soja (Bockisch, M. 1998).

2.3.3. Definición de términos básicos

a. Extracción de aceites vegetales

Separación de un componente de una mezcla por medio de un disolvente.

Para obtener los aceites de semillas oleaginosas se parte de las semillas preferentemente maduras, que suelen contener hasta un 30% más de aceite que las mismas semillas verdes. La extracción

de la fase grasa puede realizarse mediante medios mecánicos (presión) o mediante disolventes (hexano).

b. Aceite de origen vegetal

Son sustancias extraídas de los frutos oleaginosos de algunas plantas es un compuesto orgánico obtenido a partir de semillas u otras partes de las plantas en cuyos tejidos se acumula como fuente de energía.

c. Enranciamiento

Sustancias expuestas al aire que llegan a la oxidación e hidrólisis tales como las grasas y aceites a ácidos orgánicos volátiles, ésto produce un sabor y olor agrio desagradable (Philip S., & Christina A. Bailey 1995).

d. Hidrólisis

La descompensación de grasa en ácidos grasos se facilita con la presencia con agua y altas temperaturas. También promueve la hidrólisis el crecimiento de microorganismos en presencia de agua (FAO-Codex Alimentarius, 1993).

e. Oxidación de aceites

El contacto de los aceites y grasas con el oxígeno presente en la atmósfera provoca cambios químicos que causan un empeoramiento cualitativo de estos productos. Lo más conveniente es reducir el período de contacto con el aire y en este principio se basan varias de las recomendaciones. El proceso de oxidación es más rápido según aumentan las temperaturas. Por consiguiente, cada operación debe ser efectuada a la temperatura más baja posible. También aumenta en gran medida el proceso de oxidación por la acción catalizadora del cobre o las aleaciones de cobre, incluso cuando se trata de trazas (ppm). Por consiguiente,

el cobre y las aleaciones de cobre deben ser rigurosamente excluidos de estos sistemas. Otros metales, por ejemplo el hierro, también tienen un efecto catalizador, aunque menor que el del cobre (Rev. 1-1999).

f. Lípidos

Constituyen los alimentos que aportan la mayor cantidad de energía a nuestro cuerpo. Al igual que los carbohidratos, los lípidos son compuestos orgánicos formados por átomos de carbono hidrógeno y oxígeno pero con diferente proporción y disposición. En los lípidos hay mucho menos átomos de oxígeno que de carbono e hidrógeno. Constituyen un grupo heterogéneos de compuestos que disuelven en solventes orgánicos como acetona, cloroformo, éter y benceno; son insolubles en agua y son capaces de formar emulsiones.

Los lípidos que son líquidos a temperatura ambiente se les llama aceites y los que se encuentran en estado sólidos se les llaman grasa (Rodríguez Z., 2009).

CAPÍTULO III: MARCO METODOLÓGICO

3.1. Tipo y diseño de la investigación

3.1.1. Tipo de investigación

Según su finalidad es cuantitativa, porque trabajamos con procesos, que son cuantificados y calculados mediante métodos matemáticos, gracias a ello se ha podido verificado los porcentajes de elementos encontrados, y obtener resultados, cuantificables.

Según su finalidad descriptiva, se describe el proceso, características (composición) del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

Según su aplicación es comparativa, se realizó la comparación para los métodos de extracción de aceite con la finalidad de obtener un mejor rendimiento aplicando diferentes tiempos y temperaturas durante el secado de la semilla, así como dos diferentes tipos de solventes (éter de petróleo, hexano y etanol).

3.1.2. Diseño de la investigación

Según su desarrollo es experimental: se ha realizado análisis para determinar el rendimiento y composición del aceite presente en las semillas de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl), se extrajo el aceite utilizando el método de extracción por solvente, a su vez se determinó la caracterización del aceite mediante la cromatografía de gases y se determinó el tiempo de vida útil del aceite mediante diversos análisis secuenciales tales como el índice de yodo, índice de peróxidos, densidad, y prueba de oxidabilidad.

3.2. Población y muestra

Población

Semilla extraída del fruto de zapote (*Matisia cordata, Bonlp*), procedente del distrito de Motupe.

Muestra

De acuerdo a los análisis que se va a realizar, se utilizó 2 kg. De semilla de zapote

3.3. Hipótesis

H_i: La extracción por solvente orgánico (Hexano) permite lograr un mayor rendimiento de aceite de hasta 35%, en tanto la caracterización permite tener una cantidad de 10 ácidos grasos así mismo de yodo con un (80.96 cg l /gr) y una densidad de 0.9246 g/cm³ llegando a tener un tiempo de vida útil de 6 meses.

H₀: La extracción por solvente orgánico (Hexano) no permite lograr un mayor rendimiento de aceite de hasta 35%, en tanto la caracterización no permite tener una cantidad de 10 ácidos grasos así mismo de yodo con un (80.96 cg l /gr) y una densidad de 0.9246 g/cm³ llegando a tener un tiempo de vida útil menor a de 6 meses.

3.4. Operacionalización

Cuadro 3.1
Operacionalización de variables

| Variables | Dimensión | Rangos | Instrumento / Equipo |
|---------------|-------------------------------------|------------------|------------------------------------|
| Independiente | Temperatura de secado de la semilla | 70 °C | Termómetro |
| | | 65°C | |
| | | | |
| Independiente | Tiempo de secado de la semilla | 120 minutos | Cronómetro |
| | | 60 minutos | |
| | | | |
| Independiente | Tipo de solvente | Hexano | |
| | | Éter de petróleo | |
| | | Etanol | |
| Dependiente | Rendimiento | % de aceite | Probeta |
| | Ácidos grasos | | Cromatógrafo de gases |
| | Tiempo de vida útil | | Titulación por índice de peróxidos |

3.5. Métodos, técnicas e instrumentos de recolección de datos

3.5.1. Materia prima

Zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

3.5.2. Equipos e instrumentos

Equipo soxhlet: se utilizó para realizar el proceso de separación de extracción de sólido – líquido (semilla de zapote, éter de petróleo, hexano, etanol).

Estufa eléctrica: se utilizó el equipo para realizar un secado de semillas del zapote de diferentes tiempos y temperaturas (120°C – 65°C, 120°C – 70°C; 60°C – 65°C, 60°C – 70°C).

Cromatógrafo de gases marca Hmadzu, modelo 2010, puerto de inyección: Split, Detector de ionización de llama., Columna capilar restec-07248, stabilmax, diámetro interno 0.25x0.5 um, longitud 100m, gases (Helio, hidrogeno, aire), el cual realiza la separación, determinación y cuantificación de ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de zapote, así mismo el tiempo de retención y la concentración de cada uno de ellos.

Balanza analítica Typ U3600, Sartorius: equipo que arroja datos exactos al realizar el pesado de la semilla de zapote.

Cronómetro Prof Casio Hs-1000: Instrumento utilizado para verificar los tiempos exactos.

Matraz Erlenmeyer: utilizado para realizar mezclas por agitación y evaporación controlada de líquidos, 250 y 500ml de capacidad.

Vasos de precipitados: vasos de 250 ml utilizados como recipientes para agitar muestra.

Soporte universal: instrumento que se utilizó de soporte para el equipo soxhlet y equipo de titulación

3.5.3. Reactivos e insumos

Solventes (hexano, éter de petróleo, etanol)

Yoduro potásico

Agua destilada

Tiosulfato sódico

Almidón

Fenolftaleína

Cloroformo

3.5.4. Materiales complementarios

Embudo: se requiere de este material para vaciar un insumo químico hacia otro recipiente.

Molino manual: tritura la semilla en trozos moderados para luego ser triturados con otro instrumento.

Mazo de madera: utilizado para triturar y obtener partículas pequeñas de semilla de zapote para su posterior secado.

Pipeta: requerida para succionar insumos químicos, pipetas de 5ml, de 1ml y de 0.5ml

Termómetro: instrumento utilizado para medir la temperatura.

3.5.5. Proceso de extracción soxhlet con solventes (éter de petróleo-hexano-etanol) del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

Materia prima.

La materia prima empleada para la extracción de aceite es la semilla del fruto del zapote acopiada del distrito de Motupe.

Pesado

Se pesa la semilla de zapote con la finalidad de tener los datos necesarios para determinar el rendimiento de extracción del aceite.

Descascarado

En esta fase se procede a separar la cubierta o envoltorio de color marrón oscuro que protege a la semilla, este proceso se realizará de forma manual para evitar dañar la semilla, quedando expuesta la parte de la semilla de color blanco claro, para facilitar la extracción del aceite.

Selección

Después de haber sido descascarada la semilla es separada de acuerdo al estado en la que se encuentre: Se retiran las semillas que muestren signos de picaduras, quemaduras, o pardeamiento.

Triturado

Luego de secar las semillas, pasa a un depósito en el cual son troceadas con ayuda de molino manual para facilitar la extracción del aceite el tamaño de la semilla triturada es de aproximadamente 3 mm.

Secado de la semilla

La semilla de zapote es secada en una estufa en 4 grupos de 50g cada uno a diferentes combinaciones de temperaturas y tiempos.

Primer grupo: 50 g a 65°C durante 120 minutos

Segundo grupo: 50 g a 70°C durante 60 minutos

Tercer grupo: 50 g a 65°C durante 120 minutos

Cuarto grupo: 50 g a 70°C durante 60 minutos

Extracción de aceite mediante método soxhlet

A partir de la semilla triturada se procedió a extraer el aceite con los diferentes solventes éter de petróleo, hexano y etanol mediante el equipo soxhlet.

La semilla triturada se introduce en un cartucho de papel filtro con la finalidad de que la semilla no se esparza por el equipo y facilitar su limpieza, el cartucho se introduce en el sifón del equipo soxhlet y se adiciona el solvente (hexano, éter de petróleo, etanol) el cual es introducido por la parte superior del sifón hasta que por efecto de gravedad el solvente haga un recorrido hacia el balón el cual se encuentra en la parte inferior del equipo soxhlet, el proceso de extracción se da por el bajo punto de ebullición de los solventes los cuales a una temperatura determinada cambian de estado de líquido a estado gaseoso en el balón, el gas hace un recorrido por

el sifón por una tubería llamada brazo para ascenso del vapor el cual conduce al vapor hasta la cámara de extracción del sifón, el gas al tener un menor peso asciende hacia la parte superior en donde se encuentra el condensador el (refrigerado por un flujo de agua constante) en donde el vapor se condensa y cae sobre el cartucho dentro del sifón y extrae el aceite de la semilla y se repite el mismo proceso durante 4 ciclos la temperatura utilizada para la extracción depende del solvente utilizado en este caso se utilizó éter de petróleo el cual cuenta con un punto de ebullición de 35 °C, hexano el cual cuenta con un punto de ebullición de 69°C y etanol el cual cuenta con una temperatura de ebullición de 78°C

Como último paso se realiza una destilación para separar el solvente del aceite.

Se realiza el mismo proceso de extracción tanto para la extracción con el solvente éter de petróleo, hexano y etanol.

Filtrado

Se filtra el aceite obtenido con papel filtro para evitar posibles residuos que hayan quedado durante la extracción del aceite.

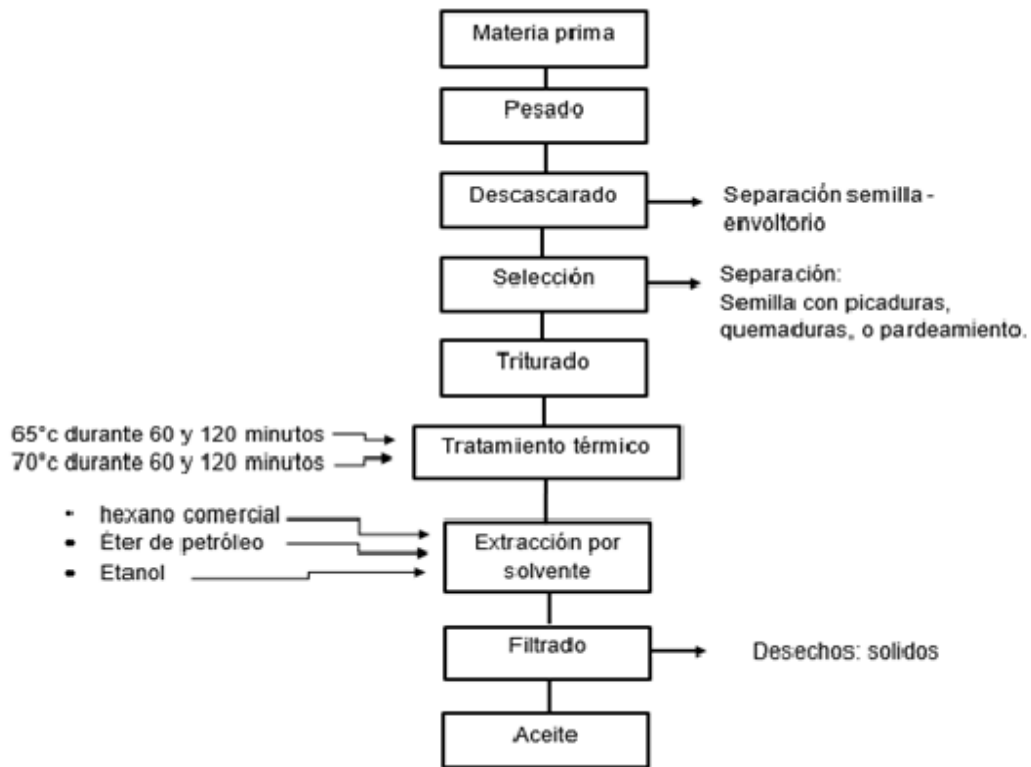


Figura: 3.1

*Diagrama de flujo del proceso de extracción de aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl) mediante el método por solvente.*

3.5.6. Caracterización del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

a. Cromatografía de gases

El primer paso es realizar el acondicionamiento de la muestra que consiste en una serie de pasos ya establecidos para preparar la muestra que posteriormente va a ser introducida en el cromatógrafo de gases.

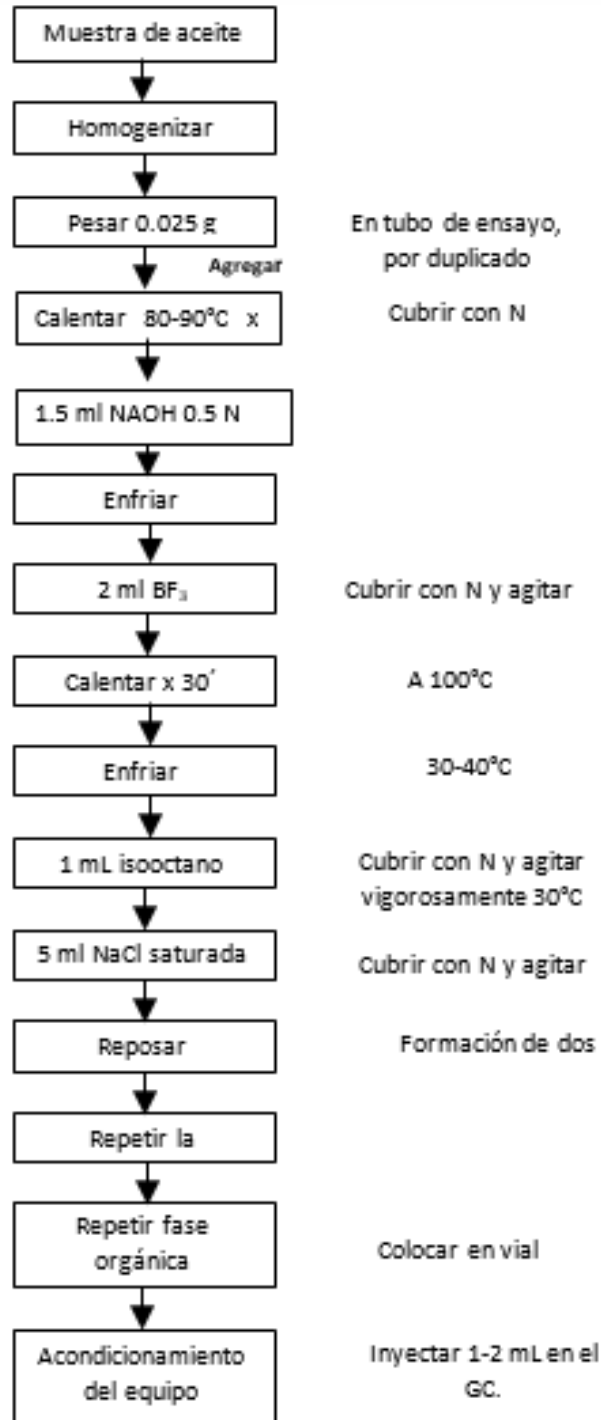


Figura 3.2

Diagrama de flujo de acondicionamiento de la muestra para la caracterización de aceite de semilla de zapote.

En la cromatografía de gases (GC), la muestra ya acondicionada se vaporiza y se inyecta en la entrada de la columna. La elusión se efectúa con un gas inerte (He) o no reactivo respecto de la muestra (N₂ o H₂).

La fase móvil no interactúa con el analito, solo lo lleva. El analito pasa a la fase móvil por su presión de vapor, que es función de la temperatura y de la afinidad que tenga por la fase estacionaria.

La fase estacionaria es un sólido, donde el analito se absorbe o más comúnmente una capa fina de líquido sobre un soporte sólido donde se disuelve el analito (Loro Ferrer 2001).

b. Densidad

La densidad se determinó aplicando el método experimental de picnometría según la norma ASTM D-45

Procedimiento

Se limpia cuidadosamente el picnómetro y se enjuaga con agua. Se escurre y luego se lava sucesivamente con etanol y éter etílico. Se seca internamente utilizando una corriente de aire seco y exteriormente con un paño o con papel filtro.

Se determinó la masa del picnómetro completo con la precisión de 0.1 mg; se llena con agua destilada evitando la formación de burbujas de aire se coloca el termómetro y se deja destapada la rama del capilar.

Se sumergió en un baño de agua a $25^{\circ}\text{C} \pm 0,2^{\circ}\text{C}$ durante 30 min controlando la temperatura del baño con el termómetro del picnómetro cuando se alcance la temperatura deseada se enrasa la rama capilar del picnómetro con agua destilada a la misma temperatura y se tapa; se extrae del baño, se limpia, se seca exteriormente y se determina su masa con la precisión de 0.1 mg.

El picnómetro se vacía y luego se lava con etanol y éter etílico. Se seca internamente utilizando una corriente de aire seco y exteriormente con un paño seco o con papel de filtro.

Se llenó el picnómetro con el aceite, evitando la formación de burbujas de aire; se coloca el termómetro y se deja destapada la rama del capilar, se sumerge en el baño de agua a $25^{\circ}\text{C} \pm 0.2^{\circ}\text{C}$ durante 30 min. Controlando la temperatura del baño con el termómetro del picnómetro.

Cuando se alcance la temperatura deseada, se enrasa la rama del capilar del picnómetro con el aceite o grasa vegetal o animal a la misma temperatura y se tapa, después se procede como se detalla para el agua destilada

$$\rho = \left[\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \right] \rho_w \rightarrow \text{Ec. (1)}$$

Dónde:

M0= masa del picnómetro vacío

M1=masa del picnómetro con agua

M2= masa del picnómetro con aceite

Pw= densidad del agua a la temperatura experimental

3.6.7. Determinación del tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl).

Después de haber realizado la extracción mediante el método extracción soxhlet se tomó la mejor muestra en base al rendimiento y caracterización, con el cual se determinó el tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote.

Para la determinación del tiempo de vida útil se empleó el método acelerado por temperatura.

a. Determinación de la Oxidabilidad método AOAC/OSN código 12.01E.01.037

Para evaluar la estabilidad o vida útil de una grasa o un aceite se recurre a una alteración artificial bajo condiciones controladas. El control analítico se desarrolla realizando una toma regular de la muestra y la determinación de su índice de peróxidos.

Procedimiento

Se llevan 12 tubos de ensayos, cada uno con 5 g de la muestra a investigar a una estufa calentada a 60 °C; Se anota el tiempo inicial (t=0) y se determina el IPO índice de peróxidos (t=0 h).

Se realizó la misma determinación con el resto de las muestras al cabo de 4 horas.

Evolución del índice de peróxidos con la temperatura

La figura 3.3 muestra la curva de oxidación de lípidos indicando las tres fases 1-inducción, 2-formación de peróxidos (en esta fase aún no se perciben los olores a rancio) y 3-desconpocicion de los peróxidos (inicio de los olores a rancios)

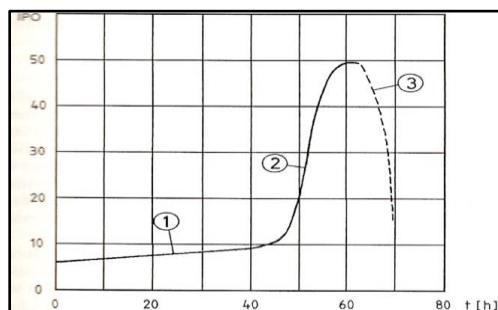


Figura 3.3

Curva de nivel de oxidación del aceite

Fuente: Dr. Allen J. St. Angelo (1992).

La tabla 3.1 muestra los rangos de oxidación de los lípidos establecidos para realizar un índice de peróxidos tras 48 horas a una temperatura estable de 60 grados centígrados, si el pico más alto de peróxidos cae dentro de los rangos establecidos en la tabla de 20-24 su tiempo de vida de anaquel está dentro de los 3 a 4 meses.

Tabla 3.1

Rango de oxidación del aceite

| IPO (tras 48 h a 60°C) | Conclusión |
|------------------------|--------------------------------------|
| 8-12 | Estable |
| 20-24 | Estabilidad condicionada (3-4 meses) |
| >24 | Debe refinarse |

Fuente: Dr. Allen J. St. Angelo (1992).

b. Determinación del índice de peróxidos método Método A.O.A.C código 12.01E.01.029

El índice de peróxidos (IPO) representa la cantidad determinable de oxígeno activo contenida en 1 Kg de muestra.

Es una medida del oxígeno unido a las grasas en forma de peróxido. Como productos de oxidación primarios se forman hidroperóxidos.

Procedimiento:

Pesar 5g de muestra grasa (o aceite) homogenizada en un Erlenmeyer de 250 ml con tapa de vidrio.

Añadir 30 ml de solución de ácido acético (HOAC-CHCL) cloroformo en proporción de 3-2 y agitar hasta que se disuelva.

Añadir 0.5 ml de solución saturada de yoduro potásico, agitar vigorosamente.

Agitar durante 1' en oscuridad.

Añadir 30 ml de agua destilada y desairada.

Valorar con tiosulfato de sodio 0.01 N, hasta desaparición de color amarillo. (Es necesario trabajar con un microbureta).

Añadir 30 ml de agua destilada y desairada. Adicionar 0.5 ml de solución de almidón al 1%. Continuar valoración hasta desaparición del color azul. Agitar vigorosamente el matraz cerca del punto final y observar.

$$IP = \frac{(V - V') \cdot N \cdot 1.000}{m} \longrightarrow \text{Ec. (2)}$$

Dónde:

V: volumen de disolución de tiosulfato de sodio, en ml, consumido en el ensayo de la muestra.

V': volumen de disolución de tiosulfato de sodio, en ml, consumido en el blanco.

N: Es la normalidad exacta de la disolución de tiosulfato sódico empleada (0.01N)

M: Es el peso de la muestra (g)

Nota: Grasas y aceites en perfecto estado se obtienen IPO < 6, en tanto que los IPO >24 son indicativos de alteración oxidativa.

c. Determinación del índice de yodo método A.O.A.C código 12.01E.01.028

La determinación del índice de yodo en aceites que contienen dobles enlaces aislados, se basa en la adición estequiométrica de yodo en las insaturaciones. Se seleccionó el método de Wijs para efectuar esta determinación, porque es el que se aproxima más a los valores teóricos de los aceites que contienen dobles enlaces aislados.

Procedimiento:

Pesar la cantidad de muestra apropiada en un Erlenmeyer de 250ml.

Añadir 20 ml de tetracloruro de carbono y 25 ml de reactivo de wijs.

Dejar reposar 30 minutos en un lugar oscuro.

Añadir 20 ml de solución de ioduro de potasio al 15% y 100 ml de agua destilada, agitar.

Titular con solución de tiosulfato de sodio 0.1N empleando almidón como indicador, hasta conseguir la desaparición del color azul.

Realizar simultáneamente la prueba en blanco.

$$\text{Índice de yodo} = \frac{(B-A) \times C \times 12.691}{M} \longrightarrow \text{Ec.(3)}$$

Dónde:

B = ml de disolución patrón de tiosulfato sódico (0.1 mol/l).

A = ml de disolución patrón de tiosulfato sódico (0.1 mol/l) gastados en el ensayo principal.

C = Concentración de la disolución patrón de tiosulfato sódico en mol/l.

M = peso de grasa en g

126.91 = Masa atómica del yodo

3.6. Procedimiento para la recolección de datos.

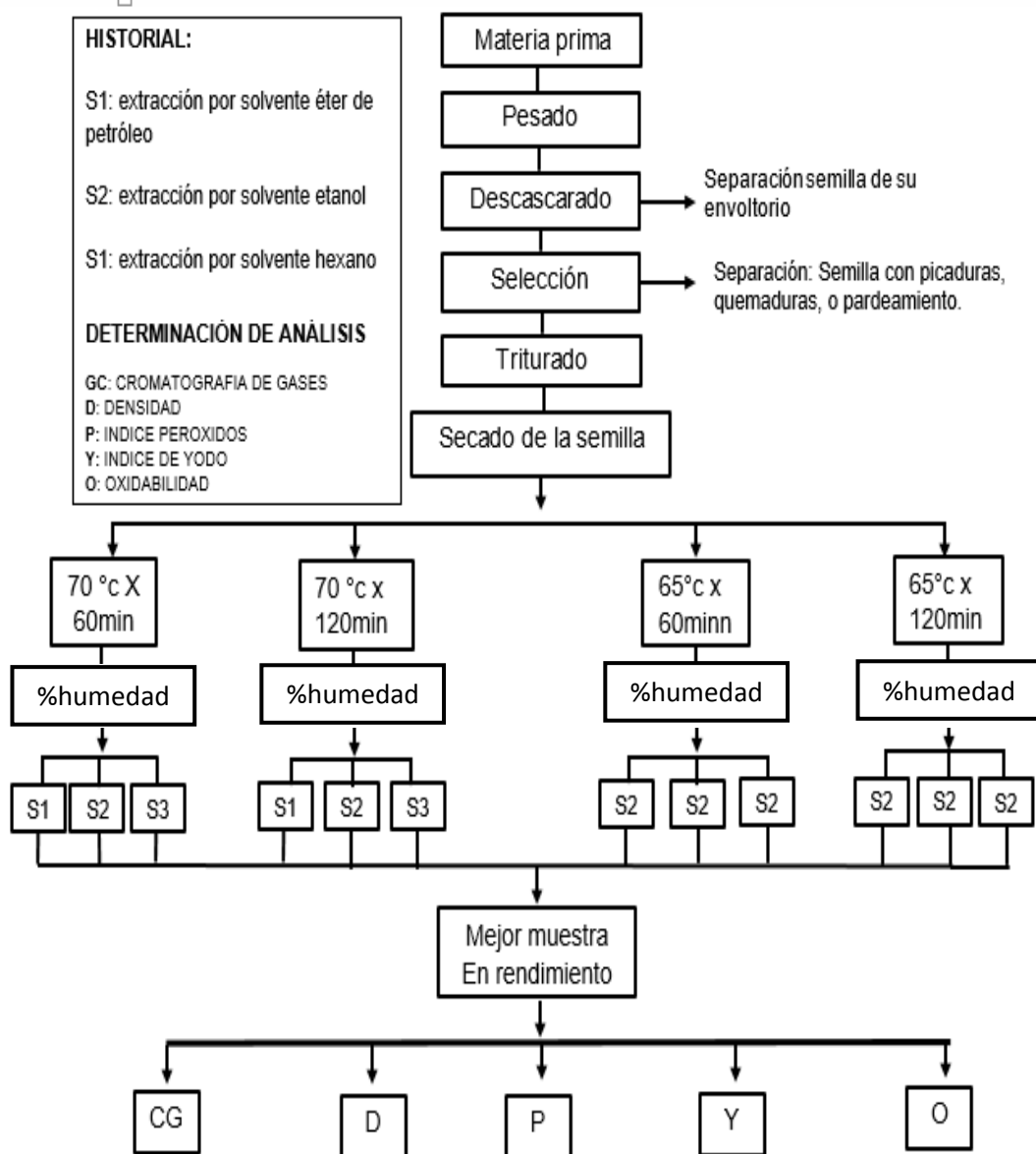


Figura: 3.4
Procedimiento para la recolección de datos.

3.7. Plan de análisis estadístico de datos

La metodología de superficie de respuesta o MSR, permitirá el análisis y modelo en función de las variables independientes, así como su interacción, para cada una de las variables dependientes (variables respuesta). En la mayoría de problemas de la MSR, forma relación entre la respuesta y variables independientes cuando esta es desconocida (Hurtado, 2008).

Cuadro 3.2

Matriz operacional para las variables independientes

| Temperatura | Tiempo | Solvente |
|-------------|--------|------------------|
| 70 | 60 | Éter de petróleo |
| 70 | 120 | Éter de petróleo |
| 65 | 60 | Éter de petróleo |
| 65 | 120 | Éter de petróleo |
| 70 | 60 | Etanol |
| 70 | 120 | Etanol |
| 65 | 60 | Etanol |
| 65 | 120 | Etanol |
| 70 | 60 | Hexano |
| 70 | 120 | Hexano |
| 65 | 60 | Hexano |
| 65 | 120 | Hexano |

3.8. Criterios éticos

Para la metodología del proyecto de investigación se ha tomado en cuenta ciertas Normas Técnicas Peruanas establecidas según investigaciones anteriores, respetando a cabalidad la información adquirida que nos muestran ciertas normas.

Normas técnicas peruanas

NTP 209.004:1968 ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método de determinación del contenido de humedad y materiales volátiles. 1ª Edición. Esta Norma tiene por objetivo determinar la humedad y cualquier otra materia volátil bajo las condiciones del ensayo. se aplica a todas las grasa y aceites comestibles incluyendo emulsiones tales como mantequillas y margarinas. No es aplicables a muestras que contengan monoglicéridos adicionados.

NTP 205.004:1968 ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método para la determinación del índice de acidez libre. 1ª Edición: Establece el método para determinar la acidez libre de aceites vegetales, crudos y refinados, aceites marinos y grasas animales.

NTP 205.006:1968 ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método para la determinación del índice de peróxidos. 1ª Edición: Establece el método para determinar todas las sustancias en términos de miliequivalentes de peróxido por 100 gr de muestra, que oxidan el yoduro de potasio bajo las condiciones del ensayo. Estos son generalmente considerados como peróxidos o cualquier otro producto similar de la oxidación de las grasas. Este método es altamente empírico y cualquier variación en el procedimiento conduce una variación en el resultado.

NTP 209.011:1966 ACEITES Y GRASAS COMESTIBLES. Método para la determinación de los ácidos grasos por la cromatografía de gas. 1ª

Edición: Establece el método para determinar el contenido de ácidos grasos que tiene de 8 a 20 átomos de carbono. Los ácidos saturados y varios de los no saturados son determinados. El método se funda en que los ésteres metílicos de los ácidos grasos son separados y determinados por cromatografía de gases.

NTP 205.137:1979 TORTAS Y SEMILLAS OLEAGINOSAS.
Determinación del contenido de humedad. 1ª Edición

Normas del Codex para grasas y aceites

Determinación del índice de peróxido (IP) - De conformidad con el Método de la UIQPA 2.501 (según enmienda) o AOCS Cd 8b – 90 (97) o ISO 3961: 1998

3.9. Criterios de rigor científicos

La teoría cinética (Van Deenter, Zuiderweg, Klinkenberg y Sjenitzer)

Considera el comportamiento en un proceso cromatográfico en función de los factores cinéticos que intervienen:

Variaciones en las velocidades de flujo, debido a las diferentes rutas que puede tomar el analito durante su migración a través del empaque.

Difusión axial o longitudinal del soluto en la fase móvil.

Resistencia a la transferencia de masas entre la fase móvil y la fase estacionaria.

La ecuación de Van Deemter:

$$\text{HETP o } H = A + B/u + Cu \longrightarrow \text{Ec. (3)}$$

HETP o h= altura equivalente a una placa teórica, milímetros.

u= L / t_r velocidad promedio de la velocidad lineal, cm/seg.

A= $2dp$ difusión aparente

B= $2D_m$ coeficiente del término debido a la difusión molecular

C= $(8/\pi)(k'/[1+k]^2)(df/D_s)$ coeficiente del término debido a la resistencia a la transferencia de masas.

CAPÍTULO IV: ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS

4.1. Acondicionamiento de la materia prima

Para la obtención del aceite de semilla de zapote (*Matisia cordata*, Bonpl) como se observa en la figura 5.1, la obtención de la materia prima se acopio del distrito de Motupe para posteriormente realizar un pesado, obteniendo 2 kg de semilla, posteriormente separar el envoltorio que la rodeaba para poder seleccionar aquellas que se encuentren con picadoras o pardeamiento visibles.

Se trituró con ayuda de un molino manual para luego ser pasado a morteros de vidrio y obtener partículas más pequeñas de la semilla.

Se realizó el secado a cuatro tipos combinados de tiempo y temperatura (70°C con 60 minutos, 70°C con 120 minutos, 65°C con 60 minutos, 60°C con 120 minutos) para la determinación el porcentaje de humedad y posteriormente determinar el rendimiento en el aceite al ser extraído.

La extracción se realizó con tres tipos de solventes (éter de petróleo, etanol y hexano) y se realizó un filtrado para separar algunos desechos sólidos que pudiesen ser arrastrados para finalmente obtener el aceite de semilla de zapote.

En el cuadro 4.1 se detalla los pesos obtenidos antes y después de realizar el secado, los cuales arrojan el porcentaje de humedad de la semilla de zapote de (7.194%, 5.296%, 7.995%, 5.698%), se determinó que el proceso de secado más adecuado para la semilla de zapote es a una temperatura de 70 grados centígrados por un tiempo 120 minutos lo que permite obtener una humedad de 5.296 %, ideal para una extracción de aceites con solvente mediante el equipo soxhlet (para la extracción de aceites mediante solventes se requiere una humedad promedio de 5 %).

Cuadro 4.1

Porcentaje de humedad obtenido después del secado

| Temperatura de tratamiento térmico (secado) °C | Tiempo de tratamiento térmico (secado) minutos | Peso de la muestra antes del secado | Peso de la muestra después del secado | Porcentaje de humedad (%) |
|--|--|-------------------------------------|---------------------------------------|---------------------------|
| 70 | 60 | 5.004 | 4.644 | 7.194 |
| 70 | 120 | 5.004 | 4.739 | 5.296 |
| 65 | 60 | 5.003 | 4.603 | 7.995 |
| 65 | 120 | 5.002 | 4.717 | 5.698 |

En el cuadro 4.2 se presenta el rendimiento en porcentaje (%) obtenido mediante la extracción de aceite de semilla de zapote utilizando las muestras con los diferentes % de humedad obtenidos del secado de la semilla de zapote y aplicando los tres diferentes tipos de solventes éter de petróleo, etanol y hexano. Obteniéndose mayor rendimiento de extracción en la muestra extraída con el solvente hexano a una humedad de 7.194%

Cuadro 4.2

Rendimiento de aceite de semilla de zapote extraído con solvente éter de petróleo, etanol y hexano expresado en porcentaje

| RENDIMIENTO EN % MEDIANTE EL SOLVENTE ÉTER DE PETRÓLEO | | | | |
|---|--------|---------------------------|------------------|---------------------------|
| Temperatura | Tiempo | Porcentaje de Humedad (%) | Solvente | Rendimiento de aceite (%) |
| 70 | 60 | 7.194 | Éter de petróleo | 8.66 |
| 70 | 120 | 5.296 | Éter de petróleo | 7.63 |
| 65 | 60 | 7.995 | Éter de petróleo | 6.39 |
| 65 | 120 | 5.698 | Éter de petróleo | 7.65 |
| 70 | 60 | 7.194 | Etanol | 0 |
| 70 | 120 | 5.296 | Etanol | 0 |
| 65 | 60 | 7.995 | Etanol | 0 |
| 65 | 120 | 5.698 | Etanol | 0 |
| 70 | 60 | 7.194 | Hexano | 9.19 |
| 70 | 120 | 5.296 | Hexano | 8.63 |
| 65 | 60 | 7.995 | Hexano | 6.75 |
| 65 | 120 | 5.698 | Hexano | 7.68 |

En la tabla 4.1 ANOVA descompone la variabilidad de Rendimiento en contribuciones debidas a varios factores. Puesto que se ha escogido la suma de cuadrados Tipo III (por omisión), la contribución de cada factor se mide eliminando los efectos de los demás factores. Los valores-P prueban la significancia estadística de cada uno de los factores. Puesto que un valor-P es menor que 0.05, este factor tiene un efecto estadísticamente significativo sobre Rendimiento con un 95.0% de nivel de confianza.

Tabla 4.1

Análisis de Varianza para Rendimiento – Suma de Cuadrados Tipo III

| Fuente | Suma de Cuadrados | Gi | Cuadrado Medio | Razón-F | Valor-P |
|---------------------|-------------------|----|----------------|---------|---------|
| Efectos principales | | | | | |
| A: Temperatura | 2.6508 | 1 | 2.6508 | 7.85 | 0.1073 |
| B:Tiempo | 0.03 | 1 | 0.03 | 0.09 | 0.7938 |
| C:Solventes | 163.638 | 2 | 81.8191 | 242.30 | 0.041 |
| INTERRACIONES | | | | | |
| AB | 1.1907 | 1 | 1.1907 | 3.53 | 0.2012 |
| AC | 1.48785 | 2 | 0.743925 | 2.20 | 0.3122 |
| BC | 0.01745 | 2 | 0.008725 | 0.03 | 0.948 |
| RESIDUOS | 0.67535 | 2 | 0.337675 | | |
| TOTAL (CORREGIDO) | 169.69 | 11 | | | |

Fuente: El StatAdvisor

Nota: Todas las razones-F se basan en el cuadrado medio del error residual

La tabla 4.2 muestra la media de Rendimiento para cada uno de los niveles de los factores. También muestra los errores estándar de cada media, los cuales son una medida de la variabilidad en su muestreo. Las dos columnas de la extrema derecha muestran intervalos de confianza del 95.0% para cada una de las medias. Pueden desplegarse estas medias e intervalos seleccionando Gráfica de Medias de la lista de Opciones Gráficas.

Tabla 4.2

Tabla de medias por mínimos cuadrados para rendimiento con intervalos de confianza del 95.0%

| Nivel | Casos | Media | Error Est. | Límite Inferior | Límite Superior |
|---------------------------|-------|--------|------------|-----------------|-----------------|
| MEDIA GLOBAL | 12 | 5.215 | | | |
| Temperatura | | | | | |
| 65 | 6 | 4.745 | 0.237232 | 3.72427 | 5.76573 |
| 70 | 6 | 5.685 | 0.237232 | 4.66427 | 6.70573 |
| Tiempo | | | | | |
| 60 | 6 | 5.165 | 0.237232 | 4.14427 | 6.18573 |
| 120 | 6 | 5.265 | 0.237232 | 4.24427 | 6.28573 |
| Solventes | | | | | |
| Etanol | 4 | 0 | 0.290549 | -1.25013 | 1.25013 |
| Eter de petróleo | 4 | 7.5825 | 0.290549 | 6.33237 | 8.83263 |
| Hexano | 4 | 8.0625 | 0.290549 | 6.81237 | 9.31263 |
| Temperatura por Tiempo | | | | | |
| 65,60 | 3 | 4.38 | 0.335497 | 2.93647 | 5.82353 |
| 65,120 | 3 | 5.11 | 0.335497 | 3.66647 | 6.55353 |
| 70,60 | 3 | 5.95 | 0.335497 | 4.50647 | 7.39353 |
| 70,120 | 3 | 5.42 | 0.335497 | 3.97647 | 6.86353 |
| Temperatura por Solventes | | | | | |
| 65,Etanol | 2 | 0 | 0.410898 | -1.76795 | 1.76795 |
| 65,Eter de petróleo | 2 | 7.02 | 0.410898 | 5.25205 | 8.78795 |
| 65,Hexano | 2 | 7.215 | 0.410898 | 5.44705 | 8.98295 |
| 70,Etanol | 2 | 0 | 0.410898 | -1.76795 | 1.76795 |
| 70,Eter de petróleo | 2 | 8.145 | 0.410898 | 6.37705 | 9.91295 |
| 70,Hexano | 2 | 8.91 | 0.410898 | 7.14205 | 10.678 |
| Tiempo por Solventes | | | | | |
| 60,Etanol | 2 | 0 | 0.410898 | -1.76795 | 1.76795 |
| 60,Eter de petróleo | 2 | 7.525 | 0.410898 | 5.75705 | 9.29295 |
| 60,Hexano | 2 | 7.97 | 0.410898 | 6.20205 | 9.73795 |
| 120,Etanol | 2 | 0 | 0.410898 | -1.76795 | 1.76795 |
| 120,Eter de petróleo | 2 | 7.64 | 0.410898 | 5.87205 | 9.40795 |
| 120,Hexano | 2 | 8.155 | 0.410898 | 6.38705 | 9.92295 |

Fuente: El StatAdvisor

En las tablas 4.3 y 4.4 aplica un procedimiento de comparación múltiple para determinar cuáles medias son significativamente diferentes de otras. La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. No hay diferencias estadísticamente significativas entre cualquier par de medias, con un nivel del 95.0% de confianza. En la parte superior de la página, se ha identificado un grupo homogéneo, según la alineación de las X's en columna. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

Tabla 4.3

Pruebas de Múltiple Rangos para Rendimiento por Temperatura

| Temperatura | Casos | Media LS | Sigma LS | Grupos Homogéneos |
|-------------|-------|----------|----------|-------------------|
| 65 | 6 | 4.745 | 0.237232 | X |
| 70 | 6 | 5.685 | 0.237232 | X |

Fuente: *El StatAdvisor*

Nota: Método: 95.0 porcentaje LSD

Tabla 4.4

Diferencias significativa

| Contraste | Sig. | Diferencia | +/- Límites |
|-----------|------|------------|-------------|
| 65 - 70 | | -0.94 | 1.44353 |

Fuente: *El StatAdvisor*

Nota: indica una diferencia significativa.

En la figura 4.1 se muestra la interacción entre el tiempo, la temperatura y el rendimiento, observándose que se obtiene un mayor rendimiento a una temperatura de 70°C con un tiempo de 60 minutos.

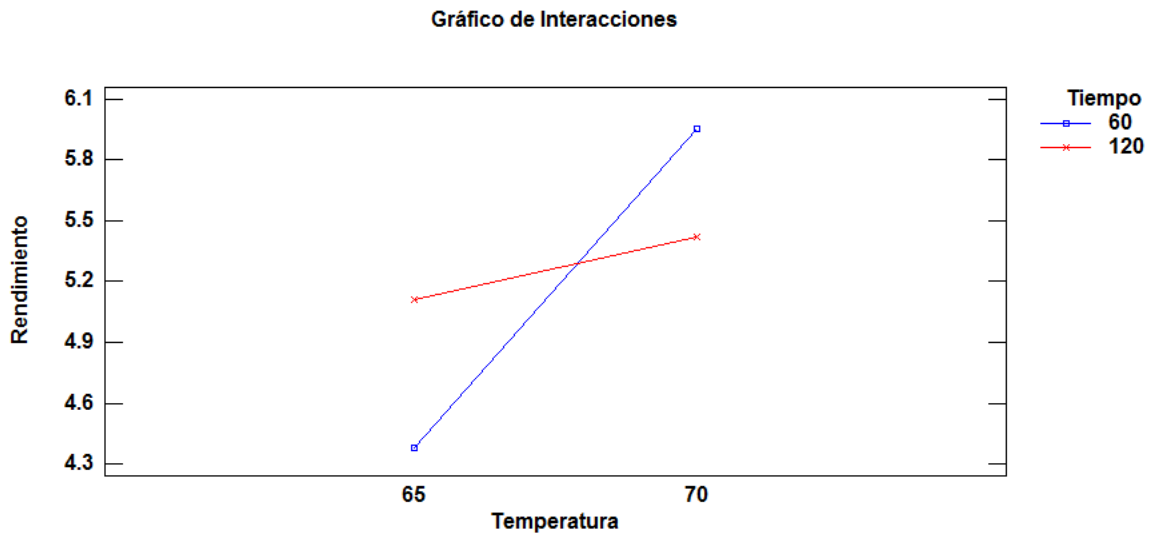


Figura 4.1

Grafica de interacciones tiempo, temperatura y rendimiento.

Fuente: El StatAdvisor

Caracterización de aceite de semilla del zapote

En la figura 4.2 realizada con solvente hexano, se muestran los picos de ácidos grasos encontrados según el análisis de cromatografía de gases, determinándose por tiempo y altura del pico.

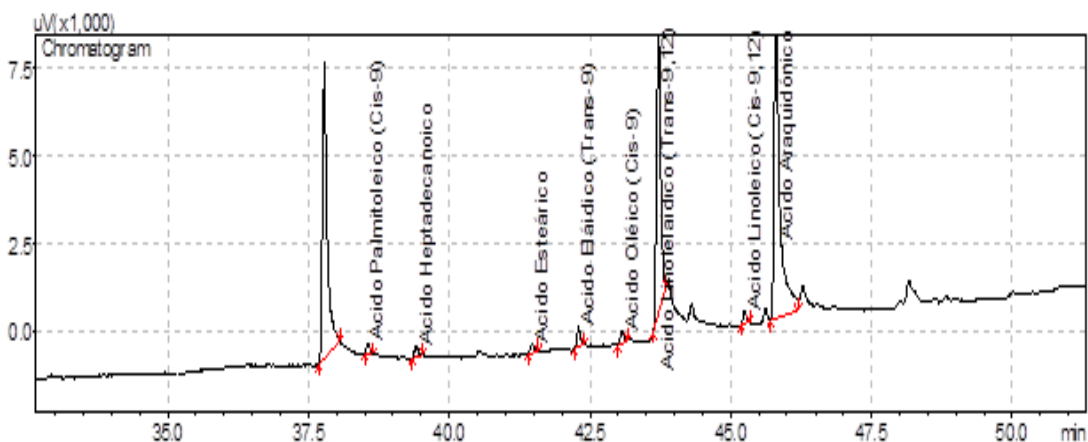


Figura 4.2

Cronograma de ácidos presentes en el aceite de semilla de zapote extraído con solvente hexano.

Fuente: Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Nuevos Productos de la Universidad Nacional del Santa - Nuevo Chimbote.

En la secuencia de la figura 4.2, el cuadro 4.5 muestra el tiempo de retención de los ácidos grasos (tiempo en el que se identifica el ácido graso), la altura de pico identifica el tipo de ácido graso y el área que identifica la concentración de los ácidos grasos, según la data del programa, encontrándose en mayor concentración el Ácido Araquidónico con un 54.904% y en menor cantidad el Ácido Palitoleico con un 1.072%.

Cuadro 4.5

Composición de ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de zapote, extraído con solvente hexano; por cromatografía de gases.

| Nº de picos | Nombre del componente | Concentración | Unidad | Altura | Área | Tiempo de retención |
|-------------|----------------------------------|---------------|--------|--------|-------|---------------------|
| 1 | Ácido Palmítico (Cis-9) | 1.072 | % | 323 | 1283 | 38.550 |
| 2 | Ácido Heptadecanoico | 1.221 | % | 313 | 1502 | 39.411 |
| 3 | Ácido Esteárico | 1.016 | % | 271 | 1270 | 41.469 |
| 4 | Ácido Eláidico (trans-9) | 1.976 | % | 578 | 2414 | 42.294 |
| 5 | Ácido Oleico (Cis-9) | 1.224 | % | 370 | 1541 | 43.069 |
| 6 | Ácido Linolelaídico (trans-9,12) | 37.248 | % | 8433 | 41307 | 42.719 |
| 7 | Ácido Linoleico (Cis-9) | 1.338 | % | 347 | 1475 | 45.247 |
| 8 | Ácido Araquidónico | 54.904 | % | 9565 | 65121 | 45.808 |

Fuente: Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Nuevos Productos de la Universidad Nacional del Santa - Nuevo Chimbote.

La figura 4.3 muestra los picos de ácidos grasos encontrados según el análisis de cromatografía de gases, determinándose por cantidad y tiempo del aceite extraído con el solvente éter de petróleo.

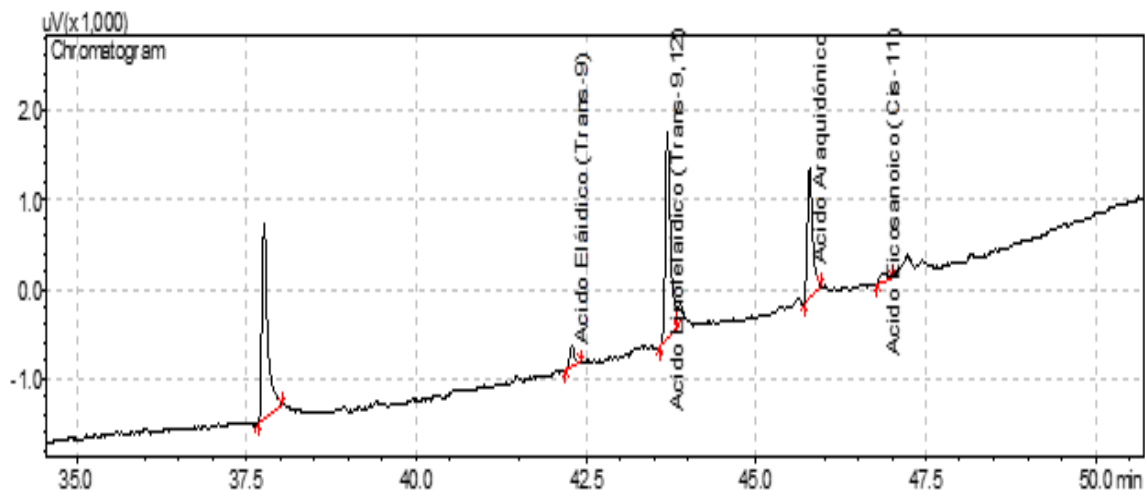


Figura 4.3

Cronograma de ácidos presentes en el aceite de semilla de zapote extraído con solvente éter de petróleo.

Fuente: Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Nuevos Productos de la Universidad Nacional del Santa - Nuevo Chimbote.

En la secuencia de la figura 4.3, el cuadro 4.6 muestra el tiempo de retención de los ácidos grasos (tiempo en el que se identifica el ácido graso), la altura de pico identifica el tipo de ácido graso y el área que identifica la concentración de los ácidos grasos, según la data del programa, encontrándose en mayor concentración el Ácido Linolelaídico con un 58.057% y en menor cantidad el Ácido Eicosanoico con un 3.446%.

El aceite de semilla de zapote extraído con el solvente hexano preserva mayor cantidad de ácidos grasos y en mayor concentración que el aceite extraído con el solvente éter de petróleo como se muestran en la tabla 4.5

Cuadro 4.6

Composición de ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de zapote, extraído con solvente éter de petróleo; por cromatografía de gases.

| Nº de picos | Nombre del componente | Concentración | Unidad | Altura | Área | Tiempo de retención |
|-------------|-----------------------|---------------|--------|--------|-------|---------------------|
| 1 | Ácido Eláidico | 4.266 | % | 234 | 992 | 42.290 |
| 2 | Ácido Linolelaídico | 58.057 | % | 2294 | 12263 | 43.697 |
| 3 | Ácido Araquidónico | 34.231 | % | 1462 | 7733 | 45.790 |
| 4 | Ácido Eicosanoico | 3.446 | % | 109 | 797 | 46.869 |

Fuente: Laboratorio de Investigación y Desarrollo de Nuevos Productos de la Universidad Nacional del Santa - Nuevo Chimbote.

Densidad del aceite de semilla de zapote

El cuadro 4.7 muestra la densidad obtenida de 0.96 gr/ml del aceite de semilla de zapote a una temperatura de 20°C.

Cuadro 4.7

Determinación de la densidad del aceite de semilla de zapote

| Picnómetro vacío (gr) | Picnómetro con agua destilada (gr) | Picnómetro con aceite de semilla de zapote (gr) | Densidad (gr/ml) |
|-----------------------|------------------------------------|---|------------------|
| 9.003 | 19.270 | 18.910 | 0.9627 |

4.3. Determinación del tiempo de vida útil del aceite de semilla de zapote

El tiempo de vida útil del aceite se determinó utilizando el método de índice de oxidación de lípidos AOAC/OSN código 12.01E.01.037 por un método acelerado con la utilización de una estufa a 60 °C durante 50 horas y realizando periódicamente un análisis de índice de peróxidos.

En el cuadro 4.8 se presenta los datos obtenidos después de realizar el índice de peróxidos representados en meq O₂/Kg , llegando a obtenerse 20.195 meq O₂/kg como máximo lo cual implica que el tiempo de vida útil del aceite se encuentra entre los 3-4 mese como se indica en la tabla 3.1 la cual muestra los rangos de oxidación de los lípidos establecidos para realizar un índice de peróxidos tras 48 horas a una temperatura estable de 60 grados centígrados, si el pico más alto de peróxidos cae dentro de los rangos establecidos en la tabla de 20-24 meq O₂/Kg su tiempo de vida de anaquel está dentro de los 3 o 4 meses (Allen J. St. Angelo 1992).

Cuadro 4.8*Índice de oxidabilidad, mediante la determinación del Índice de Peróxidos*

| N° DE MUESTRA | GASTO BLANCO ml | GASTO CON MUESTRA ml | PESO MUESTRA kg | NORMALIDAD (N) | meq O₂/Kg | Tiempo transcurrido (HORAS) | Hora de análisis |
|----------------------|------------------------|-----------------------------|------------------------|-----------------------|-----------------------------|------------------------------------|-------------------------|
| 1 | 0.5 | 6 | 5.001 | 0.01 | 10.998 | 0 | 08:00 a.m. |
| 2 | 0.5 | 6.3 | 5.002 | 0.01 | 11.595 | 4 | 12:00 a.m |
| 3 | 0.5 | 6.8 | 5.005 | 0.01 | 12.587 | 8 | 4:00 p.m |
| 4 | 0.5 | 7 | 5.003 | 0.01 | 12.992 | 10 | 6:00 p.m |
| 5 | 0.5 | 8.8 | 5.003 | 0.01 | 16.590 | 24 | 08:00 a.m. |
| 6 | 0.5 | 9.9 | 5.002 | 0.01 | 18.792 | 28 | 12:00 a.m |
| 7 | 0.5 | 11.9 | 5.001 | 0.01 | 22.795 | 32 | 4:00 p.m |
| 8 | 0.5 | 11.1 | 5.001 | 0.01 | 21.196 | 34 | 6:00 p.m |
| 9 | 0.5 | 9.6 | 5.005 | 0.01 | 18.182 | 48 | 08:00 a.m. |
| 10 | 0.5 | 8.7 | 5.003 | 0.01 | 16.390 | 52 | 12:00 a.m |
| 11 | 0.5 | 7.8 | 5.002 | 0.01 | 14.594 | 56 | 4:00 p.m |
| 12 | 0.5 | 6.8 | 5 | 0.01 | 12.600 | 58 | 6:00 p.m |

En la figura 4.3 muestra la evolución de la oxidación del aceite hasta llegar hasta al pico más alto, el cual es 22.795 meq o₂/kg a las 32 horas de empezar el experimento y luego tiene una caída lo cual se debe a la descomposición de los peróxidos en la tercera etapa de la auto oxidación de las grasas según (Allen J. St. Angelo 1992).

La disminución del índice de peróxidos se puede deber a la descomposición de los peróxidos en productos secundarios como aldehídos, cetonas y ácidos de bajo peso molecular.

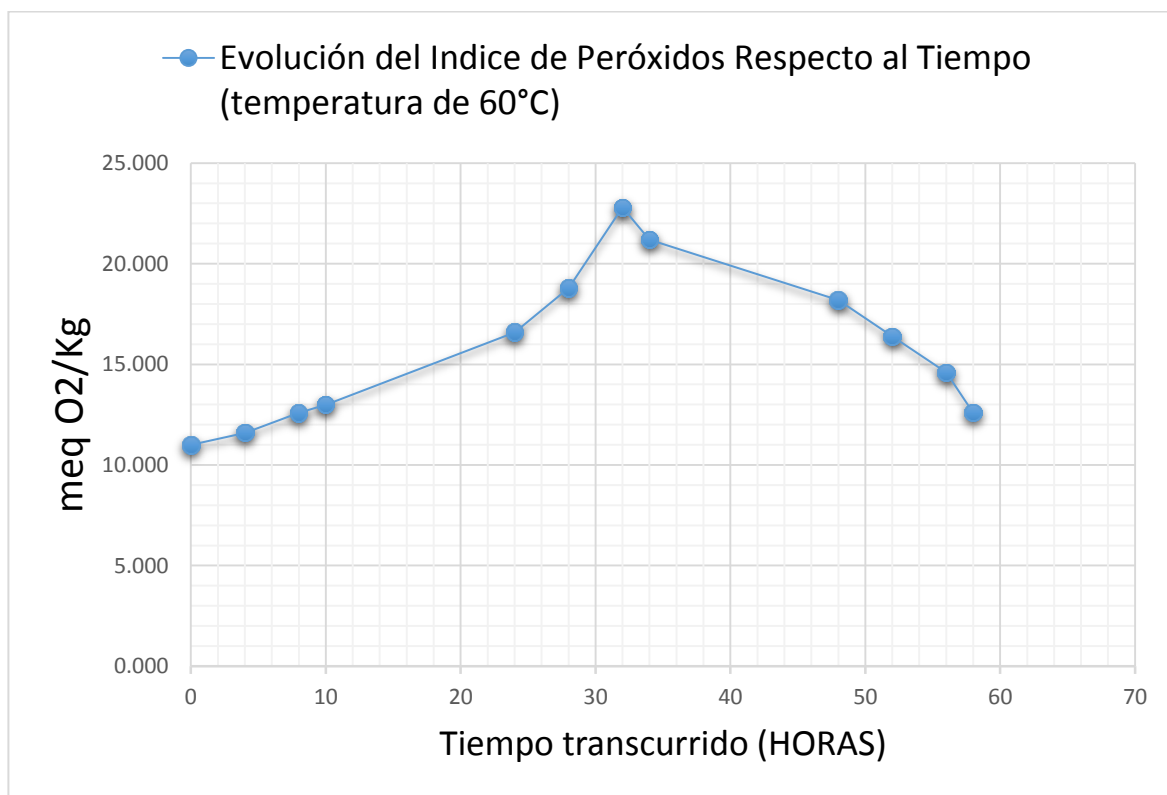


Figura 4.3

Gráfica de la evolución del índice de peróxidos respecto al tiempo (temperatura de 60°C)

Índice de yodo

En el cuadro 4.9 se detallan los gastos de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ al 0,1N durante la titulación para la determinación del índice de yodo lo cual arrojó 80.96 cg de I_2/g

El índice de yodo obtenido del aceite de semilla de zapote en la tabla 4.9 tiene una similitud con el índice de yodo de otros aceites tales como: el aceite de oliva el cual se encuentra en un rango de 78-90 y cercanas a los aceites de avellana con un rango de 83-91 o el de maní que se encuentra en un rango de 83-103 según: ANIAME. Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles, A.C. (2006). Los aceites vegetales comestibles. Nutrición Salud. México

Cuadro 4.9

Índice de yodo del aceite de semilla de zapote

| gasto blanco (ml) | peso de la muestra (gr) | Gasto de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ al 0,1N (ml) | índice de yodo (cg de I_2/g) |
|-------------------|-------------------------|---|---|
| 40 | 0.5 | 8.1 | 80.96 |

4.4. Discusión de resultados

4.4.1 Secado

Durante el proceso de secado se obtuvo humedades de 7.194%, 5.296%, 7.995%, 5.698% las cuales son óptimas para el proceso de extracción mediante solventes ya que los valores recomendados para este tipo de extracción se encuentran entre el 5 % de humedad según (Martínez, 2010).

4.4.2 Extracción

Durante la extracción se obtuvo un mayor rendimiento al extraer con el solvente hexano, en este caso la humedad de la semilla de zapote con la cual se obtuvo mejor resultado en cuanto a

rendimiento fue con un 7.194% de humedad obteniendo un rendimiento de 8.66% de aceite, comparando el rendimiento obtenido de la extracción con la semilla de zapote a una humedad de 5.296%, se obtuvo un rendimiento de 7.63% de aceite, lo cual implica que para la semilla de zapote no se aplica lo que dice según (Martínez, 2010) sobre el secado que se obtiene un mejor rendimiento, cuando la humedad de la semilla se más cercana al 5 %.

4.4.3 Caracterización (Cromatografía de gases)

El aceite de semilla de zapote extraído con el solvente hexano preserva mayor cantidad de ácidos grasos (8 ácidos grasos encontrados) mientras que el aceite extraído con el solvente éter de petróleo arroja una menor cantidad (4 ácidos grasos encontrados) lo cual indica que pese a tener una mayor temperatura de ebullición el solvente hexano 69°C frente al éter de petróleo teniendo un punto de ebullición de 35°C, el hexano preserva mejor a los ácidos grasos presente en el aceite de semilla de zapote durante la extracción.

En el aceite de semilla de zapote hay presencia del ácido araquidónico o ácido eicosatetraenoico (a menudo abreviado AA) es un ácido graso poliinsaturado de la serie omega-6, la presencia de cuatro dobles enlaces,

El ácido araquidónico esencial para el crecimiento y mantenimiento del tejido muscular como parte de las membranas celulares y también es fundamental para la recuperación y el crecimiento después del entrenamiento.

Está presente en el tejido cerebral en la misma concentración que el DHA.

Su suplementación parece reducir la progresión de la enfermedad de Alzheimer.

Protege el cerebro contra el estrés oxidativo. Activa las proteínas involucradas en el crecimiento y reparación de las neuronas.

El ácido araquidónico cuenta como suplemento en la leche materna la cual continúa siendo la primera elección para alimentar al recién nacido durante los primeros 6 meses de vida. Esta puede tener concentraciones de DHA que van desde 0.06% hasta 1.4% de los ácidos grasos totales, y desde 0.24% hasta 1.0% de AA (ácido araquidónico) del total de los ácidos grasos en mujeres. La concentración encontrada en el aceite de semilla de zapote de ácido araquidónico supera el 50 % el cual podría ser aprovechado para la elaboración de nutrientes.

La densidad obtenida del aceite de semilla de zapote (*Mastisia cordata Bonpl*) fue de 0.9627 g/ml siendo semejante al resultado obtenido en la tesis Obtención y Caracterización del aceite de las semillas de vitis labrusca L. (Uva Isabella) y evaluación de su actividad antioxidante teniendo como resultado el parámetro físico evaluado de la densidad con 0.9246 gr/ml

4.4.4 Tiempo de vida útil

El índice de peróxidos representados en meq O₂/Kg, llegando a obtenerse 22.795 meq O₂/kg como máximo lo cual implica que el tiempo de vida útil del aceite se encuentra entre los 3-4 meses como se indica en la tabla 3.1 (Dr. Allen J. St. Angelo 1992), lo que representa un tiempo de vida útil bajo, dentro del grupo de los aceites extraídos de semilla.

El índice de yodo obtenido del aceite de semilla de zapote tiene una similitud con otros aceites tales como: el aceite de oliva el cual se encuentra en un 78-90 y cercanas a los aceites de avellana con un rango de 83-91 o el de maní que se encuentra en un rango de 83-103 según: ANIAME. Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles, A.C. (2006).

CAPÍTULO V: CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

6.1. Conclusiones

La extracción con solvente hexano presenta el mayor rendimiento en un 9.19% con un porcentaje humedad de 7.194% y de menor extracción con el solvente éter de petróleo con un rendimiento de 8.66% y con un porcentaje de humedad de 7.194%.

La caracterización del aceite por cromatografía de gases representa 8 ácidos grasos con una mayor concentración de Ácido Araquidónico (54.094%) y 4 ácidos grasos con menor concentración de Ácido Linoleládico (58.057%), el análisis de yodo obtenido es de 80.96 y la densidad es de 0.9627 gr/ml, siendo similar a la densidad encontrada en los antecedentes.

El tiempo de vida útil del aceite de semilla según el análisis de peróxidos realizados se llega a obtener 22.795 meq O₂/kg como máximo lo cual indica que su periodo para la degradación del aceite se encuentra entre los 3-4 meses según la tabla 3.1 del Dr. Allen J.ST. Angelo

6.2. Recomendaciones

La extracción se realizó con tres tipos de solventes éter de petróleo, hexano y etanol. Siendo el hexano el solvente más difícil de conseguir ya que es un producto controlado es empleado para la elaboración de droga, además de ser el más costoso lo cual hace más difícil su utilización.

Durante la extracción de aceite de semilla de zapote se requiere que el ambiente en donde se trabaje tenga una ventilación constante ya que los solventes empleados se volatilizan a temperaturas bajas, o pueden existir

fugas en el equipo soxhlet, y al entrar al organismo puede causar alteraciones en el sistema nervioso central, o causar explosiones.

Al momento de realizar el análisis de cromatografía de gases, para la preparación de los reactivos denominada “derivatización” hay una etapa donde se forman dos fases, si ésta no llegase a separarse de manera notoria, el proceso deberá ser repetido nuevamente hasta que se pueda obtener el volumen necesario para el análisis.

Para que se realice un buen análisis cromatográfico es necesario que la aguja del equipo que toca el aceite esté totalmente limpia, para esto la aguja deberá ser lavada con el solvente hexano hasta tres veces de modo que no pueda alterar los resultados.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Allen J. St. Angelo (1992). *Lipid Oxidation in Food*. Ed. American Chemical Society. USA. Pp. 14-23
- ANIAME. (2006). *Asociación Nacional de Industriales de Aceites y Mantecas Comestibles, A.C.* México
- Bockisch M (1998). *Extraction of vegetable oils*. En *Fats and oils handbook*. AOCS Press, Champaign, USA.
- Demarco A (2009). *Extracción por solvente*. En *Temas Selectos en Aceites y Grasas*. Eds. JM Block y D Barrera Arellano, Editorial Blücher, San Pablo, Brasil, pág. 67-95.
- Ixtaina, V. (2010). *Caracterización de la semilla y el aceite de chia (salvia hispánica l.) obtenido mediante distintos procesos*. Tesis doctoral. Universidad Nacional de la Plata, Argentina.
- Labuza TP, Mc Nayli L, Gallagher D, Hawekes J, Hurtado F (1972). *Stability of intermediate moisture foods. 1. Lipid Oxidation*. J food Sci 37: 154-159
- León, J. (2009). *Botánica de los cultivos tropicales*. San José, Costa Rica. Instituto Interamericano de Cooperación para la Agricultura. Pág. 113.
- Geilfus, F. (1994). *El árbol*. Manual de agroforestería para el desarrollo rural. Turrialba, Costa Rica.
- Martínez, M. (2010). *Extracción y caracterización de aceite de nuez (juglans regia l.): influencia del cultivar y de factores tecnológicos sobre su composición y estabilidad oxidativa*. Tesis Doctoral. Universidad Nacional de Córdoba – Argentina.

- Mattea M (1999). *Fundamentos sobre el prensado de semillas oleaginosas*. Aceites Grasas: pág. 427 – 431
- Morera, J. A. (1994). Sapote (pouteria sapota) en Neglected Crops: 1492 from a different perspective. J. E. Hernando Bermejo y J. León (eds). *Plant Production and Protection Series N°*, 26. FAO, Roma, Italia.
- Morton, J. 1987. *Sapote, en Fruits of Warm climates*. Julia F. Morton (Eds). Miami Fl. USA.
- Navarrete, C., Gil. J., Durango. D & Gracia C (2010). *Extracción y caracterización del aceite esencial de mandarina obtenida de residuos agroindustriales*. Universidad Nacional de Colombia Sede Medellín.
- Navas, B. (2010). *Caracterización fisicoquímica del aceite de semillas de uva extraído con solvente en frío*. Instituto de Química. Facultad de Agronomía. Universidad Central de Venezuela.
- Rodríguez, M., Alcaraz, L & Real, Sergio (2012). *Proceso para la extracción de aceites esenciales en plantas aromáticas*. Instituto Nacional, La Paz-México.
- Singh kk, wiesemborn DP, Tostenson K, Kangas N (2002). *Influence of moisture content and cooking on screw pressing of crambe*. J Am Oil Chem Soc 79, pág. 165-170.
- Tapia, S. (2000). *Estudio del rendimiento de la extracción por lixiviación de aceites vegetales de fuentes no convencionales, utilizando metodología de superficie de respuesta*. Tesis profesional. Facultad de Ingeniería Química. Universidad Veracruzana. Xalapa, Veracruz. México.

- Tapia Santos, M., Pérez Armendeáriz, B., Cavazos Arroyo, Judith & Mayet Moreno, Yesica. (2013). *Obtención de aceite de semilla de mango manila (Mangifera Índica I) como una alternativa para aprovechar subproductos agrindustriales en regiones tropicales*. Revista Mexicana de Gronegocios, vol XVII, 32.
- Toro, N & Suarez, L. (2012). *Obtención y caracterización del aceite de las semillas de vitis labrusca l. (Uva isabella) y evaluación de su actividad antioxidante*. Trabajo de Grado. Universidad Tecnológica de Pereira.
- Wiesenborn D, Doddapaneni R, Tostenson K, Kangas N. (2001). *Cooking indices to predict screw-press performance for crambe seed*. J Am Oil Chem Soc 78: 467- 471.
- Younis Y, Ghirmay S, Al-Shihry S. (2000). *African Cucurbita pepo L: properties of seed and variability in fatty acid composition of seed oil*. Phytochemistry.
- Zheng Y, Wiesenborn DP, Tostenson K, Kangas N (2003). *Screw pressing of whole and dehulled flaxseed for organic oil*. J Am Oil Chem Soc 80: 1039-1045.

ANEXOS



Figura 5.1
Acopio de materia prima



Figura 5.2
Semilla seca del zapote



Figura 5.3
Pesado de la semilla de zapote

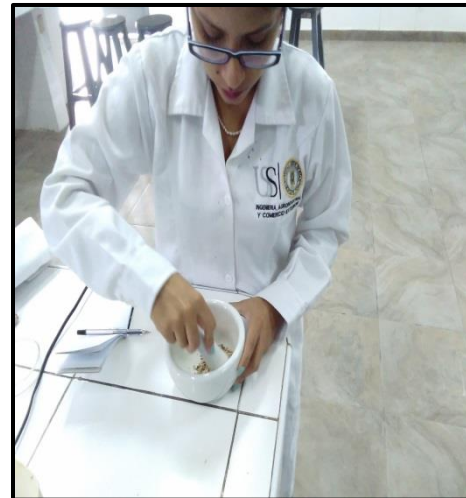


Figura 5.4
Triturado de la semilla en mortero



Figura 5.5
Secado de la semilla por estufa



Figura 5.6
Equipamiento del equipo soxhlet



Figura 5.7
Preparación de cartuchos para la extracción



Figura 5.8
Proceso de extracción

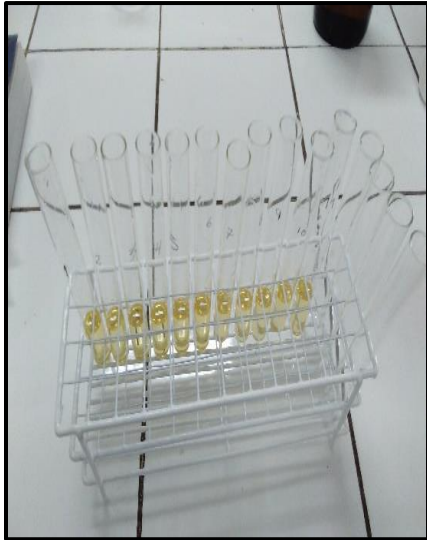


Figura 5.9
Muestras de aceite para determinar tiempo de vida útil



Figura 5.10
Preparación para realizar el índice de peróxidos



Figura 5.11
Secado de semilla en estufa



Figura 5.12
*Aceite extraído con
solvente de petróleo*



Figura 5.13
*Aceite extraído con
solvente hexano*



Figura 5.14
*Aceite extraído con
solvente etanol*

Caracterización del aceite de semilla de zapote acondicionamiento, cromatografía de gases y densidad



Figura 5.15
*Pesado de la muestra de
aceite*



Figura 5.16
*Acondicionamiento de la
muestra*



Figura 5.17
Acondicionamiento de la muestra



Figura 5.18
Formación de separación de fases

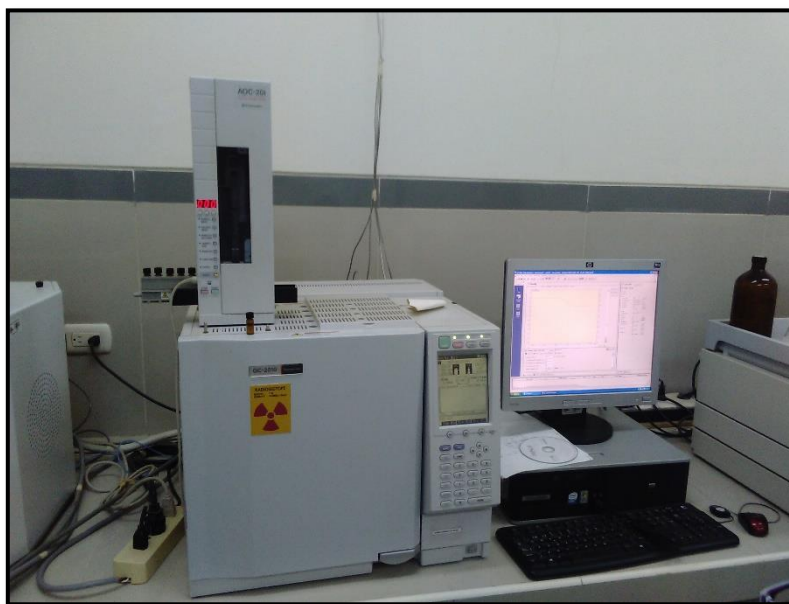


Figura 5.19
Cromatógrafo de gases



Figura 5.20
Muestras de aceite listas para el cromatógrafo de gases



Figura 5.21
Columna de cromatógrafo de gases 100m



Figura 5.22
Pesado de la muestra



Figura 5.23
Determinación de la densidad

