

UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS
FACULTAD DE INGENIERÍA
INGENIERÍA QUÍMICA



PROYECTO DE GRADO PRESENTADO POR:

ELBA CAROLINA OBLITAS FLORES

PARA OPTAR AL TÍTULO DE INGENIERO QUÍMICO

TÍTULO DEL PROYECTO:

**OBTENCIÓN DE CAPSAICINOIDES A PARTIR DE
AJIES DE LAS VARIEDADES LOCOTO Y ARIVIVI**

TUTORES:

ING. ARMENIO SILVA MANZANEDA
LIC. SANTIAGO TARQUI

La Paz –Bolivia

2019



**UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS
FACULTAD DE INGENIERIA**



LA FACULTAD DE INGENIERIA DE LA UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS AUTORIZA EL USO DE LA INFORMACIÓN CONTENIDA EN ESTE DOCUMENTO SI LOS PROPÓSITOS SON ESTRICTAMENTE ACADÉMICOS.

LICENCIA DE USO

El usuario está autorizado a:

- a) Visualizar el documento mediante el uso de un ordenador o dispositivo móvil.
- b) Copiar, almacenar o imprimir si ha de ser de uso exclusivamente personal y privado.
- c) Copiar textualmente parte(s) de su contenido mencionando la fuente y/o haciendo la cita o referencia correspondiente en apego a las normas de redacción e investigación.

El usuario no puede publicar, distribuir o realizar emisión o exhibición alguna de este material, sin la autorización correspondiente.

TODOS LOS DERECHOS RESERVADOS. EL USO NO AUTORIZADO DE LOS CONTENIDOS PUBLICADOS EN ESTE SITIO DERIVARA EN EL INICIO DE ACCIONES LEGALES CONTEMPLADAS EN LA LEY DE DERECHOS DE AUTOR.

Dedicatoria

A Elba y Tereza, mis dos mamás, por darme su amor, fuerza y apoyo incondicional, por inculcarme que el constante trabajo y esfuerzo conlleva al éxito.

A Dios por darme fortaleza y permitirme alcanzar este logro en mi vida. A mi hermana Ana, por su apoyo y paciencia, a mi tercera madre María y mi segundo hermano Alejandro, por estar en mi vida.

AGRADECIMIENTOS

A Dios, por darme salud y sabiduría para poder lograr esta meta. A mis madres Elba Flores y Tereza Cordero, por su amor y su apoyo incondicional a lo largo del curso de mi carrera, pero sobre todo por su fortaleza en los momentos más difíciles, a mi hermana Ana Paola Colomo por su paciencia y ayuda cuando más lo necesitaba y por brindarme así mismo muchas alegrías.

A mi madrina María Nina, mi hermanito Alejandro Balderrama y mi abuelita María Raquel Ortiz viuda de Oblitas, por su cariño incondicional y por estar en mi vida.

Al Ing. Armenio Silva Manzaneda, por la orientación a lo largo del curso universitario, pero más que todo por el apoyo, la confianza, la paciencia y la dedicación que me brindo en el desarrollo de este proyecto de grado, por darme consejos y guiarme en momentos de duda. A la Dra. Giovana Almanza, por darme la oportunidad de realizar este proyecto en su laboratorio en el Instituto de Investigaciones de Ciencias Químicas, al Lic. Santiago Tarqui, por todos sus consejos proporcionados, por haberme brindado su capacidad y conocimiento científico desde inicios de este proyecto, también por enseñarme diariamente con el ejemplo a ser excelentes personas y profesionales, y por su amistad.

Al Dr. Jhonny Flores, por sus consejos que me sirvieron de mucho a lo largo de este camino y por su amistad incondicional. A mis tribunales al Ing. William Cusi y al Ing. Jesús Góngora Beltran, por la paciencia y el tiempo invertidos en este proyecto de grado.

A los amigos que me ayudaron en el Laboratorio de Ciencias Químicas, Angie por su ayuda y conocimiento, Alejandra, Silvia, Marcos, José, Cliver, Chui, Gastón, María Nina, Gaby, Oscar, Sergio y a la Lic. Lily.

A mis mejores amigos, Monica Anahi Torrez, Jonatan Alberti Tarqui, Julio Cesar Alvarez, por todas las alegrías y experiencias. A mis amigos Pamela, Wendy, Ximena, Carlos, Said y Jhona, Maribel, Jhoselin, por las alegrías vividas durante nuestra etapa universitaria.

A todos los docentes de la Carrera de Ingeniería Química y a todas las personas que tuve la oportunidad de conocer y aprender de ellos. Gracias a todas las personas que me ayudaron a cumplir este sueño.

RESUMEN

Para el proyecto de grado “Extracción de Capsaicinoides a partir de las especies Locoto y Arivivi” se utiliza locoto proveniente de la región de Los Yungas, específicamente Nor Yungas, con el código [1664], el Arivivi usado con el código [581] proviene de la región de La Recaja, Mapiri y San Buena Aventura, ambas en el Departamento de La Paz.

Las propiedades físicas y químicas para el Locoto son: Humedad 90,76%, Cenizas 0,54%, materia grasa 0,8 %, fibra cruda 2,60%, Proteínas 1,60 % e hidratos de carbono 3,70 %. Del mismo modo para el Arivivi son: Humedad 87,73%, Cenizas 0,67%, materia grasa 0,5 %, fibra cruda 2,43%, Proteínas 2,07 % e hidratos de carbono 6,60 %.

Las variables de mayor influencia determinadas mediante pruebas preliminares en el proceso son: Temperatura, Relación: Disolvente/Soluto y Tiempo, con la velocidad de agitación y el tamaño de partícula manteniéndose constantes.

A través del diseño experimental se determina las condiciones óptimas de operación que son, para Locoto: Temperatura (50°C), Relación: Disolvente/Soluto (10/1) y un tiempo de 90 minutos y para Arivivi: Temperatura (50°C), Relación: Disolvente/Soluto (10/1) y un tiempo de 3 Hrs.

El aislamiento de capsaicinoides se realiza por Cromatografía en columna, utilizando como fase móvil éter de petróleo y acetato de etilo (60:40) y como fase estacionaria Gel de Sílice. La identificación de capsaicinoides, mediante Cromatografía en capa fina comparando con el patrón y la cuantificación por espectrofotometría UV – VIS.

Por último, para la obtención de 20 [g] de capsaicinoides a partir de Locoto, se requiere un equipo de extracción con las siguientes características: volumen de 54 [l], material de acero inoxidable del tipo AISI – 304, Dt = 40,91 [cm], Ht = 72,12 [cm], agitado por un agitador tipo turbina de 6 aspas planas con inclinación de 45° con Da = 17,59 [cm], con una potencia de 29 [W].

Un sistema de calefacción: serpentín dentro del tanque, con vapor de agua a 90 [°C] y un aislante de fibra de vidrio para el tanque con un espesor óptimo de 6 cm.

ABSTRACT

For the present project "Extraction of Capsaicinoids from Locoto and Arivivi species" Locoto from Los Yungas region, specifically Nor Yungas, is used, with the code [1664], the Arivivi used with the code [581] comes from the regions La Recaja, Mapiri and San Buena Aventura, both in the Department of La Paz.

The physical and chemical properties for the Locoto are: Humidity 90.76%, Ash 0.54%, fat content 0.8%, crude fiber 2.60%, Protein 1.60% and carbohydrates 3.70%. Similarly, for the Arivivi are: humidity 87.73%, ash 0.67%, fat 0.5%, crude fiber 2.43%, protein 2.07% and carbohydrates 6.60%.

The variables of greatest influence determined by preliminary tests in the process are: Temperature, Ratio: Solvent / Solute and Time, with the speed of agitation and the particle size remaining constant.

Through the experimental design, the optimal operating conditions are determined, for Locoto: Temperature (50 ° C), Ratio: Solvent / Solute (10/1) and a time of 90 minutes and for Arivivi: Temperature (50 ° C), Relation: Solvent / Solute (10/1) and a time of 3 Hrs.

The isolation of capsaicinoids is done by column chromatography, using as a mobile phase petroleum ether and ethyl acetate (60:40) and as stationary phase Silica Gel. The identification of capsaicinoids, by thin layer chromatography, comparing with the standard and quantification by UV - VIS spectrophotometry.

Finally, to obtain 20 [g] of capsaicinoids from Locoto, an extraction equipment with the following characteristics is required: volume of 54 [l], stainless steel material of type AISI-304, Dt = 40.91 [cm], Ht = 72.12 [cm], agitated by a turbine-type stirrer with 6 flat blades inclined at 45 ° with Da = 17.59 [cm], with a power of 29 [W]. O

A heating system: coil inside the tank, with steam at 90 [° C] and a fiberglass insulation for the tank with an optimum thickness of 6 cm.

ÍNDICE GENERAL

CAPITULO 1	2
1. Introducción	2
1.1. Antecedentes y diagnostico	2
1.1. Planteamiento del problema	3
1.2. Objetivos	4
1.2.1. Objetivo general	4
1.2.2. Objetivos especificos	4
1.3. Justificaciones	4
1.3.1. Justificacion Tecnica	4
1.3.2. Justificacion Economica	4
1.3.3. Justificacion Social	5
1.3.4. Justificación Academica	5
1.3.5. Justificacion Ambiental	5
CAPITULO 2	7
2. Marco teorico	7
2.1. Genero capsicum	7
2.2. Composición química del género <i>capsicum</i>	7
2.3. Distribución geográfica	8
2.4. Cultivo de ají en bolivia	9
2.5. Locoto (<i>capsicum pubescens</i>)	12
2.5.1. Características generales	12
2.6. Arivivi	13
2.6.1. Características generales	13
2.7. Capsaicinoides	14
2.7.1. Propiedades físicas y químicas	15
2.7.2. Usos y aplicaciones	16
2.8. Las operaciones de transferencia de masa	17
2.8.1. Clasificación de las operaciones de transferencia de masa	17
2.8.2. Extraccion	18
2.8.2.1. Extracción sólido - líquido	18

2.8.3. Metodos de extraccion	20
2.8.4. Factores que influyen en el proceso de extraccion.....	21
2.8.4.1. Tamaño de Partícula	21
2.8.4.2. Disolvente	21
2.8.4.3. Relacion Solute – Solvente.....	23
2.8.4.4. Temperatura	23
2.8.4.5. Tiempo de Extraccion.....	23
2.8.4.6. Agitacion.....	23
2.8.5. Diseño Experimental.....	24
2.8.5.1. Puntos Generales para realizar un Diseño Experimental.....	24
2.8.6. Diseño Factorial 2 ^k	24
2.9. Identificación y Cuantifiación de Capsaicinoides.....	25
2.9.1. Cromatografía en Columna.....	25
2.9.1.1. Procedimientos de Empaqueamiento.....	25
2.9.1.2. Aplicación de la Muestra.....	26
2.9.1.3. Procedimiento de la Elucion	26
2.9.3. Espectrofotometría Ultravioleta Visible <i>uv - vis</i>	27
2.9.3.1. Espectro de Absorción.....	27
2.10. Diseño del Extractor.....	28
2.10.1. Tanque Agitado	28
2.10.2. Impulsores	29
2.10.3. Consumo de Potencia en Taques Agitados	30
2.10.4. Diseño del Tanque de Agitacion.....	31
2.10.5. Parametros Caracteristicos en Agitadores	32
2.10.5.1. Numero de Potencia	32
2.10.5.2. Numero de Reynolds	32
2.10.6. Escala Bench	33
2.10.7. Cálculo del Diámetro del Eje	35
2.11. Diseño del Sistema de Calentamiento	36
2.11.1. Chaqueta	36
2.11.2. Serpentin.....	36

2.12.	Radio de Aislamiento	37
2.12.1.	Numero de Rayleigh	37
2.12.2.	Numero de Nusselt.....	38
CAPITULO 3		40
3	Metodología Experimental	40
3.1.	Caracterización de la Materia Prima.....	40
3.1.1.	Recolección de la Materia Prima.....	40
3.1.2.	Tratamiento de la Materia Prima	40
3.1.3.	Características Físicas y Agronómicas	41
3.1.4.	Características Químicas.....	41
3.1.5.	Pruebas Fitoquímicas Cualitativas Específicas	41
3.2.	Metodología para identificar las variables del proceso	42
3.2.1.	Reducción y Selección del tamaño.....	43
3.2.2.	Selección de Solventes	43
3.3.	Identificación y cuantificación de capsaicinoides.....	44
3.3.1.	Cromatografía en capa fina tlc.....	44
3.3.2.	Espectrofotometría UV-VIS.....	45
3.4.	Procedimiento para obtención de extracto.....	46
3.5.	Variables de Mayor Influencia.....	47
3.6.	Obtención de capsaicinoides	47
3.6.1.	Cromatografía de columna del extracto	47
3.6.2.	Extracción líquido-líquido del extracto	48
3.7.	Procedimiento General.....	49
CAPITULO 4		52
4.	Resultados de la metodología experimental	52
4.1.	Características físicas	52
4.1.1.	Arivivi	52
4.1.2.	Locoto	53
4.2.	Características Físicoquímicas	53
4.3.	Pruebas Fitoquímicas	54
4.4.	Determinación de las condiciones de operación	55
4.4.1.	Selección de Solventes.....	55

4.4.2.	Tamaño de Partícula.....	57
4.4.3.	Tiempo de Extraccion	59
4.4.4.	Velocidad de Agitacion	61
4.4.5.	Relacion Soluta Solvente.....	63
4.4.6.	Temperatura	64
4.5.	Variables para el Diseño Experimental.....	66
4.6.	Diseño Experimental	67
4.7.	Diseño Design Expert.....	68
4.7.1.	Diseño en Design Expert del Locoto.....	69
4.7.1.1.	Analisis del Efecto de los Factores.....	70
4.7.1.2.	Analisis de la Grafica media normal.....	71
4.7.1.3.	Analisis del Diagrama de Pareto	72
4.7.1.4.	Analisis de las Interacciones	73
4.7.2.	Diseño en Design Expert del Arivivi.....	74
4.7.2.1.	Análisis del Efecto de los Factores.....	75
4.7.2.2.	Analisis de la Grafica Media Normal.....	76
4.7.2.3.	Analisis del Diagrama de Pareto	77
4.7.2.4.	Analisis de las Interacciones	77
4.8.	Analisis de la tabla anova	79
4.8.1.	Analisis del anova para el locoto	79
4.8.1.1.	Analisis de la Superficie de Respuesta	80
4.8.1.2.	Ecuacion del Modelo Ajustado	81
4.8.1.3.	Optimizacion del Proceso.....	81
4.8.2.	Analisis del anova para el arivivi	82
4.8.2.1.	Analisis de la superficie de respuesta	83
4.8.2.2.	Ecuacion del modelo ajustado.....	84
4.8.2.3.	Optimizacion del proceso	84
4.9.	Obtencion de Capsaicinoides	85
4.9.1.	Cromatografía en Columna.....	85
4.9.1.1.	Selección del Eluyente para la Columna.....	85
4.9.1.3.	Identificacion de Capsaicinoides por Cromatografía TLC.....	88

4.9.2. Extraccion Liquido-Liquido	90
4.9.2.1. Espectrofotometria UV-VIS.....	91
CAPITULO 5	96
5. Diseño del extractor	96
5.1. Calculo de la masa de materia prima necesaria.....	96
5.2. Calculo del numero de reynolds y potencia	97
5.3. Dimensiones del equipo a nivel Bench.....	98
5.3.1. Dimensiones del tanque extractor	98
5.3.2. Numero de reynolds para el equipo de extraccion	100
5.3.3. Potencia para el equipo de extraccion.....	101
5.3.4. Cálculo de la potencia del motor eléctrico requerida	101
5.3.5. Diametro del eje para el agitador.....	101
5.4. Sistema de calefacción para el tanque.....	103
5.4.1. Balance de energía.....	103
5.4.2. Calculo del coeficiente global de transferencia de calor.....	105
5.4.3. Dimensiones del Serpentin	109
5.5. Recomendación del material de construcción.....	110
5.6. Calculo para el espesor del aislante.....	112
5.7. Cantidad de materia prima requerida	116
CAPITULO 6	118
6. Conclusiones y Resultados	118
6.1. Conclusiones.....	118
6.2. Recomendaciones.....	120
7. Bibliografía	121
ANEXOS.....	126
ANEXO A – Normas Bolivianas.....	126
ANEXO B - Screenign Fitoquímico Cualitativo	138
ANEXO C – Rendimiento Espectrofotometro	142
ANEXO D – Placas TLC	149
ANEXO E – Cromatografía En Columna	150
ANEXO F – Extraccion Liquido - Liquido	157

INDICE DE TABLAS

Tabla 1 y 2. Los cinco mayores productores mundiales de ajíes y pimientos frescos y secos o deshidratados en el año 2010.....	7
Tabla 3. Superficie total cultivada y producción de ajíes en Bolivia.....	8
Tabla 4. Ajíes nativos de Bolivia tanto cultivados como silvestres, su nombre, científico, nombre común y regiones donde se encuentra.....	9
Tabla 5. Capsaicinoides valor en la escala Scoville y estructura Química.....	12
Tabla 6. Propiedades Químicas y físicas de la Capsaicina.....	13
Tabla 7. Propiedades Químicas y físicas de la Dihidrocapsaicina.....	14
Tabla 8. Pruebas Fitoquímicas cualitativas específicas a realizar en extractos de locoto y Arivivi.....	41
Tabla 9. Cuadro de series de Tamices ASTM.....	43
Tabla 10. Características Agronómicas Arivivi.....	52
Tabla 11. Características Físicas Arivivi.....	52
Tabla 12. Características Agronómicas Locoto.....	53
Tabla 13. Características Físicas Locoto.....	53
Tabla 14. Valores en ensayos físico-químicos cuantitativos de control.....	54
Tabla 15. Resultados de Pruebas Fitoquímicas de la especie Capsicum.....	54
Tabla 16. Valores de las variables en las pruebas preliminares para selección de solvente.....	55
Tabla 17. Valores de las variables en las pruebas preliminares para determinación del tamaño de partícula.....	57
Tabla 18. Valores de las variables en las pruebas preliminares para tiempo de extracción.....	59
Tabla 19. Valores de las variables en las pruebas preliminares para Velocidad de agitación.....	61
Tabla 20. Valores de las variables en las pruebas preliminares para relación soluto solvente.....	63
Tabla 21. Valores de las variables en las pruebas preliminares para determinación de temperatura.....	64
Tabla 22. Variables Independientes y Constantes en el proceso de extracción Para Locoto.....	66
Tabla 23. Variables Independientes y Constantes en el proceso de extracción para Arivivi.....	66

Tabla 24. Corridas Experimentales Locoto.....	67
Tabla 25. Resultados del Diseño Experimental Locoto.....	67
Tabla 26. Corridas Experimentales Arivivi.....	68
Tabla 27. Resultados del Diseño Experimental Arivivi.....	68
Tabla 28. Efecto de los factores (Locoto).....	70
Tabla 29. Análisis del efecto de los factores (Arivivi).....	75
Tabla 30. Análisis de Varianza (Locoto).....	79
Tabla 31. Parámetros óptimos de Operación Locoto.....	81
Tabla 32. Análisis de Varianza (Arivivi).....	82
Tabla 33. Parámetros óptimos de Operación Arivivi.....	84
Tabla 33. Datos a nivel laboratorio.....	96
Tabla 34. Dimensiones para el diseño del extractor escala Bench (Locoto).....	102
Tabla 35. Dimensiones para el diseño del extractor escala Bench (Arivivi).....	103
Tabla 36. Dimensiones finales del Serpentín Helicoidal.....	110
Tabla 37. Datos Técnicos Acero Inoxidable 304.....	111
Tabla 38. Cálculo para el espesor del aislante	11

INDICE DE GRAFICAS

Gráfica 1: Correlaciones de potencia para diversos impulsores y deflectores.....	32
Gráfica 2: Rendimiento de Cap. en cada solvente en Locoto.....	56
Gráfica 3: Rendimiento de Cap. en cada solvente en Arivivi.....	56
Gráfico 4: Tamaño de partícula respecto al rendimiento en Locoto.....	57
Gráfico 5: Tamaño de partícula respecto al rendimiento en Arivivi.....	58
Gráfico 6: Tiempo respecto al rendimiento en Locoto.....	59
Gráfico 7: Tiempo respecto al rendimiento en Arivivi.....	60
Gráfico 8: Velocidad respecto al rendimiento en Locoto.....	61
Gráfico 9: Velocidad respecto al rendimiento en Arivivi.....	62
Gráfico 10: Relación soluto solvente respecto al rendimiento en Locoto.....	63
Gráfico 11: Relación soluto-solvente respecto al rendimiento en Arivivi.....	64
Gráfico 12: Temperatura respecto al rendimiento en Locoto.....	65
Gráfico 13: Temperatura respecto al rendimiento en Arivivi.....	65
Gráfica 14: Gráfica de media Normal (Locoto).....	71
Gráfica 15: Diagrama de Pareto (Locoto).....	72
Gráfica 16: a) Interacción AC, b) Interacción AB, c) Interacción BC.....	73
Gráfica 17: Gráfica de media Normal (Arivivi).....	76
Gráfica 18: Diagrama de Pareto (Arivivi).....	77
Gráfica 19: a) Interacción AB, b) Interacción AC, c) Interacción BC en Arivivi.....	78
Gráfica 20: a) Interacción AC superficie de contorno, b) Interacción BC en gráfica 3D Locoto.....	80
Gráfica 21: a) Interacción AB, b) Interacción AC, c) Interacción BC, todos en gráfica 3D Arivivi.....	83
Gráfica 22: Diagrama de Relación entre número de Reynolds y número de Potencia....	98
Gráfica 23: Coeficientes de transferencia de calor para chaquetas y serpentines.....	105
Gráfica 24: Transferencia de calor respecto al espesor del aislante.....	115

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Área de distribución Geográfica de ajíes en América.....	8
Figura 2. Principales departamentos productores de Ajíes en Bolivia.....	10
Figura 3. Planta de Locoto.....	12
Figura 4. Planta de Arivivi y Fruto.....	13
Figura 5. Estructura de la capsaicina.....	19
Figura 6. Esquema de reacción en Capsaicina.....	20
Figura 7. Métodos de Extracción.....	21
Figura 8. Secuencia de la Columna Cromatográfica.....	25
Figura 9. Placa TLC.....	27
Figura 10. Tanque típico de proceso con agitación.....	28
Figura 11. Selección del agitador.....	29
Figura 12. Tipos de agitadores de Turbina.....	30
Figura 13. Proporciones Geométricas para un sistema de agitación Normal.....	31
Figura 14. Parámetros del Tanque.....	31
Figura 15. Serpentín Helicoidal.....	36
Figura 16. Tratamiento de la materia Prima (locoto).....	40
Figura 17. Diagrama de Ishikawa.....	42
Figura 18. Procedimiento para selección de Solvente.....	44
Figura 19. Placas cromatográficas sembradas bajo luz UV.....	44
Figura 20. Procedimiento para la identificación de capsaicinoides por TLC.....	45
Figura 21. Espectrofotómetro Pharo 300.....	45
Figura 22. Procedimiento para la lectura en el espectrofotómetro UV-VIS.....	46
Figura 23. Procedimiento para obtención de extracto Acetato de Etilo.....	46
Figura 24. Procedimiento para cromatografía Sílica Gel.....	48
Figura 25. Procedimiento para extracción Líquido-líquido.....	48
Figura 26. Procedimiento Experimental.....	50
Figura 27. Muestra tamizada (Arivivi).....	58
Figura 28. Muestras concentradas a) Arivivi, b) Locoto.....	62
Figura 29. Muestra de Locoto concentrándose en Rotavapor.....	72

Figura 30. Muestra en agitador magnético con temperatura (Arivivi).....	78
Figura 31. Placas cromatográficas en eluyentes usando diferentes éteres.....	85
Figura 32. Columnas con muestras a) Arivivi, b) Locoto, Muestras recogidas de las columnas c) Arivivi, d) Locoto.....	87
Figura 33. Placas TLC a) Locoto, b) Arivivi.....	88
Figura 34. a) Columna Sephadex, b) Placa bajo luz UV 254nm c) Placa revelada.....	89
Figura 35. Separación de 2 fases acuosa y orgánica y fase acuosa neutralizada.....	90
Figura 36. a) Extractos de capsaicinoides y residuos orgánicos b) Placas de los extractos (Locoto).....	91
Figura 37. Espectro de muestra concentrada capsaicinoides (Arivivi).....	92
Figura 38. Espectro de muestra residuos de fase orgánica (Arivivi).....	92
Figura 39. Muestra neutralizada, extraída con acetato.....	93
Figura 40. Espectro de muestra concentrada capsaicinoides (Locoto).....	93
Figura 41. Espectro de muestra residuos de fase orgánica (Locoto).....	94
Figura 42. Esquema de diseño del tanque de extracción.....	98
Figura 43. Esquema.....	104
Figura 44. Constantes de transferencia de calor para impulsores.....	106
Figura 45. Dimensiones de un serpentín helicoidal.....	109

Capítulo 1

Introducción

CAPITULO 1

1. INTRODUCCIÓN

1.1. ANTECEDENTES Y DIAGNOSTICO

El ají picante, es uno de los frutos más consumidas en el mundo, incluye muchas especies con diferentes características de aroma, color y tamaño, el nivel de pungencia puede ser alto o bajo, dependiendo de las condiciones de cultivo, lugar y ecotipo.

Todas las especies del género, excepto la silvestre *C. anomalum*, son originarias de América, y constituyen uno de los primeros grupos de plantas domesticados por el hombre, algunos autores sugieren que el género *Capsicum* se originó en Bolivia sud-central desde donde emigró a los Andes y a la Amazonia y, que, en esta primera emigración, fueron definiéndose diversas especies, fruto de la adaptación a hábitats diversos (Mc.Leod, 1982). El cultivo de ajíes en América data de la era precolombina, encontrándose los registros arqueológicos más antiguos en México.

La información a nivel mundial de ajíes y pimientos está disponible únicamente de manera agregada, es decir no desagregan el cultivo por especies o variedades y la demanda de ajíes y pimientos ha aumentado en todo el mundo en las últimas décadas.

Muchas especies y variedades de ajíes tienen actualmente interés comercial en la industria alimenticia, médica y química, no solo por su diversidad de colores, formas y tamaños, sino también por su aroma, sabor y por la presencia de aceites esenciales y variados principios activos (Krishna, 2003).

Wilson Scoville, al darse cuenta de la sensación de picor como medio de defensa, que contenían estos frutos, decidió crear un sistema en el cual pueda medirse el grado de picor de los ajíes, por lo tanto en 1912 se estableció la escala de picor en la unidad de picor de Scoville (UPS), Scoville Heat Units en inglés (SHU), basada en diluciones de extractos de diversos ajíes y métodos analíticos como la espectrofotometría y cromatografía de gases, actualmente también se usa la cromatografía líquida de alta eficacia (HPLC), con estos métodos, los análisis del tipo y cantidad de estos alcaloides son más precisos

El consumo de ají, se debe en su mayoría a su sabor picante, este picor es causado por los capsaicinoides, los cuales son alcaloides que se encuentran principalmente en la placenta y semillas del ají, la producción de capsaicinoides se incrementa conforme la maduración del fruto, hasta llegar a un máximo que depende de cada especie, posteriormente sufre cambios bruscos de degradación hasta un 60%, diferentes niveles de pungencia derivan de la diversidad genética y factores medioambientales durante el crecimiento del fruto (Suzuki T., 1984).

Los capsaicinoides más abundantes son la Capsaicina y la dihidrocapsaicina, ambas responsables del 80 a 90% de pungencia en los ajíes, el restante está compuesto por diferentes capsaicinoides: nordihidrocapsaicina, homocapsaicina y Homodihidrocapsaicina. Al ser los capsaicinoides alcaloides potentes y estables pueden ser detectados por humanos en las papilas gustativas en soluciones de diez partes por millón

En Bolivia la mayor zona productora de ajíes se encuentra en el departamento de Chuquisaca, la cual representa cerca del 90% de la producción total nacional, la cual está destinada específicamente al consumo con una diversidad de platillos y preparaciones. En el país los ajíes nativos se consumen tanto en estado fresco como deshidratado.

Si bien las propiedades de los ajíes nativos permiten también utilizarlos en la medicina y la industria, en el país estos usos no son muy conocidos o utilizados.

1.1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los ajíes han estado presentes en la vida de los bolivianos siendo utilizados en su gastronomía durante mucho tiempo. En este sentido, Bolivia tiene la necesidad de industrializar sus recursos naturales, ya que posee territorio apropiado para la producción de Ajíes.

Los componentes activos que poseen estos ajíes son la base o materia prima utilizada para obtener, medicamentos analgésicos, antiinflamatorios, anticancerígenos, cuyos usos no son aplicados o conocidos en Bolivia.

El país destina los ajíes solamente al consumo humano, desechando la producción que no cumpla requisitos, como tamaño, variedad, por este motivo se pretende obtener

capsaicinoides, a partir de ajíes, valorizando así un recurso natural, a través del presente proyecto de grado titulado: Obtención de capsaicinoides a partir de ajíes de las variedades locoto y Arivivi, con aplicabilidad en la medicina y la industria.

1.2. OBJETIVOS

1.2.1. OBJETIVO GENERAL

- Obtener capsaicinoides a partir de ajíes de las variedades Locoto y Arivivi.

1.2.2. OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Caracterizar la materia prima.
- Identificar las variables de operación para el proceso de extracción.
- Establecer las mejores condiciones de operación para la extracción de capsaicinoides.
- Caracterizar el producto obtenido.
- Diseño del extractor a nivel Bench Escala.

1.3. JUSTIFICACIONES

1.3.1. JUSTIFICACION TECNICA

La extracción de capsaicinoides, tiene un amplio rango de aplicaciones industriales y farmacéuticas, con este proyecto se pretende poner en práctica habilidades obtenidas en el transcurso de la carrera de ingeniería química. La experimentación que se desarrolla a nivel laboratorio pretende implementar una metodología general para la extracción capsaicinoides cuya complejidad sea mínima.

1.3.2. JUSTIFICACION ECONOMICA

La materia prima al ser especies cultivadas en Bolivia, valorizará los recursos naturales del país, generando un mayor desarrollo productivo y mayores ingresos económicos, provocando un impacto positivo en la región, además el costo de adquisición de esta materia prima, es bastante accesible.

1.3.3. JUSTIFICACION SOCIAL

Al incrementar la cadena de valor de los ajíes en Bolivia, se proporcionará una alternativa a los productores de incrementar sus recursos económicos, aumentando

la producción de ajíes en el país, lo que beneficiaría a las regiones que se dedican al cultivo de este producto, mejorando la calidad de vida en estos sectores.

1.3.4. JUSTIFICACIÓN ACADEMICA

Con el presente proyecto se pretende aplicar todo lo aprendido en la Universidad en el transcurso del tiempo, estudios muy importantes en la Ingeniería Química como son las Operaciones Unitarias enfocados al proceso de extracción sólido – líquido, al estudio de la transferencia de masa y transferencia de calor. Así mismos métodos de análisis cualitativos y cuantitativos como la Cromatografía de capa fina y la Espectrofotometría UV. Además de originar nuevos proyectos de investigación a futuro en el campo de la aplicación y aislamiento de capsaicinoides.

1.3.5. JUSTIFICACION AMBIENTAL

El presente proyecto, no pretende generar ningún tipo de impacto ambiental que pueda resultar perjudicial a la o las comunidades productoras de ajíes así mismo el extracto obtenido no es dañino a nivel ambiental.



Capítulo 2

Marco Teórico



CAPITULO 2

2. MARCO TEORICO

2.1. GENERO CAPSICUM

Capsicum (ají o pimiento) es un género de plantas angiospermas, dicotiledóneas nativo de las regiones tropicales y subtropicales de América, que pertenecen a la familia de las solanáceas. Comprende cuarenta especies aceptadas, de las casi 200 descritas, herbáceas o arbustivas, aunque las especies cultivadas, prácticamente en casi todo el mundo, se han convertido en perennes en condiciones favorables. (Y.H.Yui, 2010).

2.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DEL GÉNERO *CAPSICUM*

Como todo vegetal, esta especie es eficiente en laboratorio donde se lleva a cabo la síntesis de numerosos compuestos, denominados metabolitos primarios, como los capsaicinoides y metabolitos secundarios, entre estos últimos se encuentran:

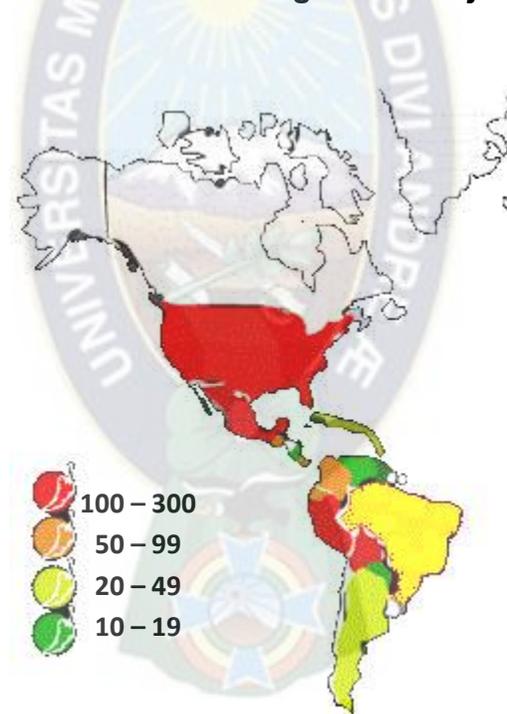
- **Aceites volátiles:** limoneno, linalol, lupeol.
- **Ácidos orgánicos:** ascórbico, caféico, cítrico, clorogénico, oléico, linoléico y ácido pumárico.
- **Alcaloides:** solanina, solanidina, β -caroteno, β -sitostero, cariofileno, eugenol, escopoletina. Carotenoides con terminación ciclopentánica (capsantina, capsorubina, capsantinona, etc.). Heterósidos diterpénicos (capsianósidos), heterósidos diterpénicos (capsianósidos), un heterósido del furostanol (capsicósido), luteína, tocoferol, trigonelina, y zelaxantina.
- **Otros:** Entre otros componentes están los tocoferoles (α -tocoferol), que son precursores de la vitamina E, a la que se le atribuye la capacidad de reducir la oxidación enzimática y de lípidos. Además, están presentes vitaminas como: la niacina, el retinol (vitamina A) y un alto contenido de ácido ascórbico o vitamina C, la que está en ocasiones en cantidad de los (50 a 360) mg/100 g. Así también se tienen compuestos fenólicos y carotenoides como la capsantina y la capsorubina, en este caso el fruto maduro posee mayor cantidad de carotenoides que el fruto inmaduro. (Y.H.Yui, 2010)

2.3. DISTRIBUCIÓN GEOGRÁFICA

El género *Capsicum*, se cultiva en los lugares templados, tropicales y subtropicales de América, Europa, Asia y África y es muy importante desde el punto de vista económico y parece haber sido distribuido originalmente a través de tierras bajas tropicales de América del Sur y Central. (Hernandez, 2009)

Su domesticación primero ocurrió en Mesoamérica, y más concretamente en México, donde se han encontrado vestigios arqueológicos, donde se constata el cultivo de calabazas, chile y amaranto. Los restos más antiguos de la especie *Capsicum* se han encontrado en México entre 6,500-5,500 A.C. Esta especie es, por tanto, también una de las primeras plantas domesticadas en Mesoamérica. (Ettenberg, 2018).

Figura 1. Área de distribución Geográfica de ajíes en América



Fuente: *Recopilación y Análisis de la información existente del género Capsicum*
(Hernandez, 2009)

La figura 1, muestra la cantidad aproximada de variedades del género *Capsicum* en cada país en América.

La información sobre el mercado internacional de ajíes y pimientos está disponible únicamente de manera agregada, es decir no desagregan el cultivo por especies o

variedades. China es el principal país productor de ajíes frescos en el mundo, con una producción de más de 15 millones de toneladas, seguido de lejos por México con 2,3 millones de toneladas. Con respecto a ajíes y pimientos secos o deshidratados, India ocupa el primer puesto con una producción de 1,2 millones de toneladas, ocupando Perú el quinto puesto a nivel mundial. (FAOSTAT, 2012). Cabe resaltar que los principales países importadores de ajíes en el mundo son: Estados Unidos, Reino Unido, Alemania, Francia, Canadá, Rusia y España. (Matthias Jagger, 2014).

Tabla 1 y 2. Los cinco mayores productores mundiales de ajíes y pimientos frescos y secos o deshidratados en el año 2010

AJIES Y PIMIENTOS FRESCOS		AJIES Y PIMIENTOS SECOS	
PAIS	Producción (Ton)	PAIS	Producción (Ton)
China	15023503	India	1223400
México	2335560	China	265000
Turquía	1986700	Pakistán	171700
Indonesia	1332360	Tailandia	158883
E.E.U.U.	932580	Perú	135791
Total, Mundial	29421327	Total, Mundial	3071177

Fuente : Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAOSTAT, 2012)

2.4. CULTIVO DE AJÍ EN BOLIVIA

El departamento de Chuquisaca es el principal productor de ajíes en Bolivia, representando cerca del 90% de la producción total nacional (3.600 ton/año). En este departamento, las provincias de Tomina (Padilla), Villa Serrano, Hernando Siles y Luis Calvo, presentan los más altos niveles de producción, debido a que el suelo y el clima favorecen el desarrollo de las diversas especies cultivadas. (Matthias Jagger, 2014)

En el país se utilizan diversas especies tanto cultivadas como silvestres de ajíes tanto nativos como más comerciales no nativos, distribuidos en diferentes regiones del país. A continuación, se muestra en la figura 1 el mapa de Bolivia con la producción a nivel nacional de ajíes en porcentajes:

Figura 2. Principales departamentos productores de Ajíes en Bolivia



Fuente: *Las cadenas de valor de los ajíes nativos de Bolivia* (Matthias Jagger, 2014)

En el 2010, el área cultivada con ajíes representó el 2,7% de la superficie sembrada con hortalizas en Bolivia (FAOSTAT, 2012). La tabla 3 presenta el área total cultivada y la producción total de ajíes y pimientos frescos y deshidratados entre 2005 y 2010; la superficie cultivada tuvo un crecimiento del 9%, mientras que la producción de ajíes frescos tuvo un crecimiento del 32%. En el país, en el departamento de Chuquisaca, el cual aporta el 90% de la producción nacional, los agricultores destinan entre el 45% y el 50% de sus predios agrícolas al cultivo del ají

Tabla 3. Superficie total cultivada y producción de ajíes en Bolivia

Año	2005	2006	2007	2008	2009	2010
Superficie cultivada (Has)	2455	2508	2542	2577	2615	2700
Producción de ajíes y pimientos frescos y secos (Ton)	3101	3299	3306	3389	3408	4100

Fuente : Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAOSTAT, 2012)

En la tabla 4 se pueden observar diferentes tipos de ajíes cultivados y silvestres utilizados en el país, mencionando sus nombres comunes, las regiones donde se encuentran y si son cultivados o silvestres.

Tabla 4. Ajíes nativos de Bolivia tanto cultivados como silvestres, su nombre, científico, nombre común y regiones donde se encuentra.

Nombre Científico	Nombres Comunes	Regiones donde se encuentra	Cultivado o Silvestre
<i>Capsicum baccatum</i> L. var. <i>pendulum</i> (Willd.) Eshbaugh	Huacareteño, Asta de buey, Asta de toro, Chicotillo, Ají amarillo	Valles mesotérmicos y sub-andinos de Chuquisaca	Cultivado
	Ají Colorado	Trópico y Subtrópico	Cultivado
<i>Capsicum cardenasii</i> Heiser & P. G. Sm.	Ulupica	Valles mesotérmicos y sub-andinos de Chuquisaca; Riveras de los ríos y quebradas	Silvestre
<i>Capsicum chinense</i> Jacq.	Q'omer uchú	Valles interandinos húmedos	Cultivado
	Ají Verde	Trópico y Subtrópico	Cultivado
<i>Capsicum eximium</i> Hunz.	Ulupica	Valles mesotérmicos y sub-andinos de Chuquisaca; Riveras de los ríos y quebradas	Silvestre
<i>Capsicum frutescens</i> L.	Gárnicas	Valles mesotérmicos y sub-andinos de Chuquisaca	Silvestre
	Cúmbaros	Valles mesotérmicos y sub- andinos de Chuquisaca; Trópico y Subtrópico	Silvestre
<i>Capsicum Microcarpum</i> DC.	Arivivi	Valles mesotérmicos y sub- andinos de Chuquisaca	Silvestre
<i>Capsicum pubescens</i> Ruiz & Pav.	Locoto	Valles interandinos húmedos	Cultivado

<i>Capsicum sp.</i>	Ají Putita	Riveras de los ríos y quebradas	Silvestres
----------------------------	------------	---------------------------------	------------

Fuente: *Variedad de ajíes de ecotipos conservados en campos de agricultores* (Ruben Salas, 2007)

En Bolivia los ajíes nativos se consumen tanto en estado fresco como deshidratado, pero muchos tienen comercialización marginal, ya que son cultivados o recolectados de arbustos silvestres para autoconsumo o distribuidos ocasionalmente a nivel local. Por ejemplo, se recolectan ulupicas y Arivivis que tienen unos niveles comerciales muy bajos a nivel local y son, en ocasiones, intercambiados por otros productos de necesidades primarias en forma de trueque o regalados.

2.5. LOCOTO (*CAPSICUM PUBESCENS*)

Pertenece a la familia Solanáceas, el fruto del locoto puede ser rojo, amarillo o marrón, y se distingue de los otros ajíes por contener semillas de color negro. Tiene un sabor picante, aunque también ligeramente dulzón. El Locoto germina más lentamente que otros ajíes y cuando la planta está madura es muy resistente a temperaturas bajas. (Marleni Ramírez, 2014)

Figura 3. Planta de Locoto



Fuente: *Las cadenas de valor de los ajíes nativos de Bolivia* (Matthias Jagger, 2014)

2.5.1. CARACTERÍSTICAS GENERALES

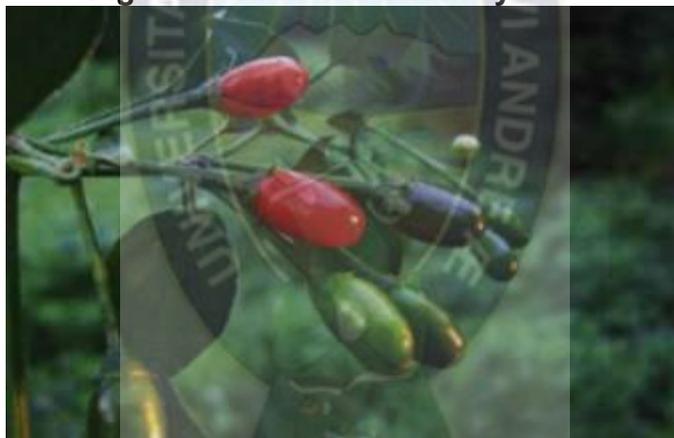
- **Características de la planta:** Tiene un hábito de crecimiento erecto, y alcanza una altura de hasta 70 cm, con un ancho de follaje de hasta 84 cm.
- **Características de la flor:** El color de corola es blanco con manchas amarillas, el color de las anteras es café con franjas blancas.

- **Características del fruto:** El fruto (Locoto), tiene forma casi redonda elongada, de corrugación lisa y varía de colores entre rojo, verde, amarillo o naranja, dependiendo de la especie de Locoto.
- **Características de la semilla:** El color de las semillas puede variar de un amarillo blanquecino a café oscuro, dependiendo de la especie, y el peso de 1000 semillas está en un rango de 8,2 a 8,4 g. (Matthias Jagger, 2014)

2.6. ARIVIVI

El Arivivi o también llamado Cúmbarito es una especie perteneciente a la familia solanáceas, el fruto puede ser rojo o verde, tiene un sabor muy picante, más que la ulupica, de nombre *Capsicum Microcarpum* DC, es una especie no domesticada, el color de sus semillas es un Amarillo Blanquecino, se la encuentra en las temporadas de primavera y verano en los meses de noviembre a febrero. (Ruben Salas, 2007).

Figura 4. Planta de Arivivi y Fruto



Fuente: *Las cadenas de valor de los ajíes nativos de Bolivia* (Matthias Jagger, 2014)

Generalmente las zonas donde florece son los valles andinos, aunque esta especie es específica de Bolivia, sobre todo en el departamento de Chuquisaca.

2.6.1. CARACTERÍSTICAS GENERALES

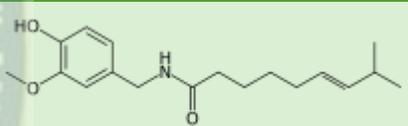
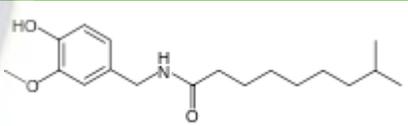
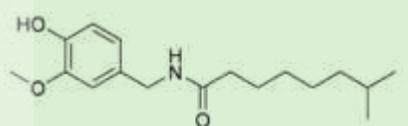
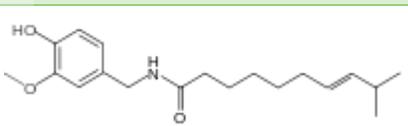
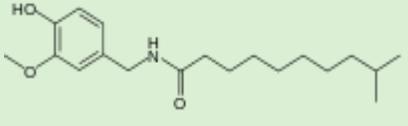
- **Características de la planta:** Tiene un hábito de crecimiento erecto, y alcanza una altura de hasta 105 cm, con un ancho de follaje de hasta 300 cm.
- **Características de la flor:** El color de corola es blanco con manchas amarillo verdoso, el color de las anteras es café con franjas amarillas blanquecinas.
- **Características del fruto:** El fruto (Arivivi), es pequeño, de forma alargada, de corrugación lisa y varía de colores entre rojo y verde.

- **Características de la semilla:** El color de las semillas es de un amarillo blanquecinos, y el peso de 1000 semillas equivale a 5,3 g. (Ruben Salas, 2007)

2.7. CAPSAICINOIDES

Los capsaicinoides son un grupo de amidas ácidas derivadas de la vainillilamina este tipo de alcaloides tienen el átomo de nitrógeno originado en un grupo amino, pero no presente en un anillo heterocíclico. Las diferentes especies de *Capsicum* pueden variar en grado de picor, lo que se relaciona con la capacidad de acumular capsaicinoides. El ají habanero (*Capsicum chinense*) es considerado el de mayor picor, sin embargo, algunas variedades de *Capsicum annum* pueden alcanzar niveles similares, en función de las condiciones que se cultiven. (Cázares Sanchez, 2005)

Tabla 5. Capsaicinoides valor en la escala Scoville y estructura Química

Capsaicinoides	Abreviatura	SHU	Estructura Química
Capsaicina	C	16,000,000	
Dihidrocapsaicina	DHC	16,000,000	
Nordihidrocapsaicina	NDHC	9,100,000	
Homocapsaicina	HC	8,600,000	
Homodihidrocapsaicina	HDHC	8,600,000	

Fuente: (Wikipedia la Enciclopedia Libre, 2018)

Otros estudios han demostrado que el contenido en capsaicinoides está genéticamente controlado, pero también se ve afectado por variables medio

ambientales como la temperatura, luz y humedad del suelo o los niveles de fertilización. (María Reyes, 2011)

Sin embargo, la capsaicina, es el compuesto más picante del grupo de los capsaicinoides, ésta purificada y diluida cien mil veces, sigue siendo tan activa que aún es capaz de producir ampollas en la lengua. Estimula las secreciones gástricas y, si se usa en exceso, ocasiona inflamación.

2.7.1. PROPIEDADES FÍSICAS Y QUÍMICAS

A continuación, se muestran las propiedades químicas y físicas de la capsaicina y dihidrocapsaicina, puesto que son los principales capsaicinoides responsables de la pungencia, para los demás si bien están presentes la nordihidrocapsaicina, homocapsaicina y homodihidrocapsaicina, aún no se han realizado estudios acerca de estos compuestos en estado puro, por lo cual muchas de sus propiedades se desconocen.

Tabla 6. Propiedades Químicas y físicas de la Capsaicina

Nombres Químicos	Capsaicina, Capsaicine, Capzaicina, trans-8-Methyl-N-vanillyl-6-nonenamide, NGX-4010, Transacina.
Nombre IUPAC	(E)-N-[(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)methyl]-8-methylnon-6-enamide
Fórmula Molecular	C ₁₈ H ₂₇ NO ₃
Peso Molecular	305,42 g/mol
Punto de Fusión	65 °C
Punto de Ebullición	210 – 220°C
Solubilidad	Insoluble en agua, soluble en acetonitrilo, acetato de etilo, éter, benceno.

Fuente: *Extraído de PubChem.* (U.S. National Library of Medicine, 2004)

Tabla 7. Propiedades Químicas y físicas de la Dihidrocapsaicina

Nombres Químicos	8-Methyl-N-vanillylnonanamide, 8-methyl dihydrocapsaicin, 6,7-Dihydrocapsaicin
Nombre IUPAC	N-[(4-hydroxy-3-methoxyphenyl)methyl]-8-methylnonanamide
Fórmula Molecular	C ₁₈ H ₂₉ NO ₃
Peso Molecular	307,43 g/mol
Punto de Fusión	65 - 66 °C
Punto de Ebullición	210 – 220°C
Solubilidad	Insoluble en agua, soluble en acetonitrilo, acetato de etilo, éter, benceno.

Fuente: *Extraído de PubChem, (U.S. National Library of Medicine, 2004)*

2.7.2. USOS Y APLICACIONES

Algunos estudios sobre los beneficios potenciales para la salud del uso de capsaicinoides, indican que pueden ser usados como:

- ✓ **Analgésicos.** – Los capsaicinoides pueden ayudar a aliviar el dolor, agotando la cantidad de sustancia P, un químico encontrado en células nerviosas que ayuda a transmitir señales de dolor al cerebro. Al ser la capsaicina el Capsaicinoide más abundante, es usada como ingrediente activo en cremas y ungüentos para tratar dolores musculares y artritis.
- ✓ **Control de peso.** - Estudios publicados en la Revista de Ciencia Nutricional Y Vitaminología, muestran que el cuerpo puede quemar 50 calorías extra por día si se consumen capsaicinoides en forma de comidas picantes.
- ✓ **Reducir el Apetito.** – Varios estudios muestran que los capsaicinoides pueden ayudar a reducir el apetito ayudando a prevenir el sobrepeso y comer en exceso, ya que ayudan a reducir la producción de ghrelina, la hormona responsable de activar el apetito.
- ✓ **Mantenimiento de la presión arterial.** – Los capsaicinoides pueden ayudar a promover la salud del corazón a largo plazo, ayudando a disminuir la presión arterial, por lo que pueden usarse en medicamentos para personas que sufren de hipertensión arterial.

- ✓ **Aumentar la Salud Digestiva.** – Además de reducir el apetito los capsaicinoides pueden ayudar a promover el buen funcionamiento del tracto digestivo además prevenir el daño a la mucosa gástrica por consumo de bebidas a base de etanol.
- ✓ **Disminuir el riesgo de Cáncer.** – Los capsaicinoides pueden tener la capacidad de luchar contra el cáncer, atacando vías en el crecimiento de células cancerosas. (Y.H.Yui, 2010)

Además, la oleoresina extraída directamente y aun no purificada que proviene de ajíes picantes es utilizada en productos de autodefensa como un arma no letal y de efectos inmediatos tanto para uso policial y de protección personal.

La exposición al *spray* de capsaicinoides, produce respuestas fisiológicas muy intensas que se traducen en estornudos, desorientación, eritemas, lagrimación, ceguera temporal y un intenso dolor.

Los capsaicinoides también se conocen por presentar unas propiedades antimicrobianas y anti fúngicas; los extractos obtenidos a partir de chiles picantes inhiben el desarrollo en determinados patógenos. (Agarwald, 2017).

2.8. LAS OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA

Una parte importante de las operaciones unitarias en Ingeniería Química está relacionada con el problema de modificar la composición de soluciones y mezclas, mediante métodos que no implican necesariamente reacciones químicas. La transferencia de masa se caracteriza por transferir una sustancia a través de otra u otras a escala molecular. (Treybal, 1995).

2.8.1. CLASIFICACIÓN DE LAS OPERACIONES DE TRANSFERENCIA DE MASA

Generalmente estas operaciones buscan separar las partes componentes de una sustancia. Estos métodos se pueden clasificar de la siguiente forma:

a) CONTACTO DIRECTO DE DOS FASES INMISCIBLES

- **Gas – Gas:** Esta categoría prácticamente no se usa debido a la solubilidad de los gases entre sí.
- **Gas – Líquido:** Absorción, Desorción, Humidificación, o Deshumidificación.
- **Gas – Sólido:** Sublimación fraccionada, secado.
- **Líquido – Líquido:** Extracción Líquida o fraccionada, destilación.
- **Sólido – Líquido:** Extracción por disolventes, Lixiviación, Cristalización fraccionada y aductiva, si la operación se realiza en sentido opuesto, se conoce como adsorción.
- **Sólido – Sólido:** Debido a las lentas velocidades de difusión entre fases sólidas, no existen operaciones industriales de separación dentro de esta categoría. (Treybal, 1995)

b) FASES SEPARADAS POR UNA MEMBRANA

- **Gas – Gas:** Difusión gaseosa o efusión, Permeación
- **Gas – Líquido:** Permeación.
- **Líquido – Líquido:** Diálisis, electrodiálisis y osmosis. (Treybal, 1995)

c) CONTACTO DIRECTO DE FASES MISCIBLES

Debido a la dificultad para mantener los gradientes de concentración, sin mezclar el fluido, las operaciones de esta categoría no son prácticas desde el punto de vista industrial, excepto en situaciones poco usuales como: Difusión Térmica, Difusión de barrido, Atmólisis y Centrifugación. (Treybal, 1995)

2.8.2. EXTRACCION

La extracción implica la transferencia de un soluto de una fase líquida o sólida a otra, para separar uno o más componentes de la mezcla original, este componente se debe poner en contacto con otra fase, las dos fases se llevan a un contacto, de manera que el soluto o los solutos puedan difundirse, el par de fases puede ser gas-líquido, gas sólido, líquido, líquido o sólido-líquido.

2.8.2.1. EXTRACCIÓN SÓLIDO - LÍQUIDO

Su finalidad es la separación de uno o más componentes de una fase sólida, mediante la utilización de una fase líquida o disolvente. Entre más grande sea la superficie de contacto entre la parte sólida y el líquido que le atraviesa, aumenta la eficiencia de la extracción y para que se dé esto es necesario que a la parte sólida sea sometida a un

pretratamiento, que normalmente es el secado y la molienda de la muestra. (Geankoplis, 1998)

Para llevar a cabo el proceso es necesario:

- a) Contacto del disolvente con el sólido a tratar, para disolver el soluto.
- b) Separación de la disolución y el resto del sólido

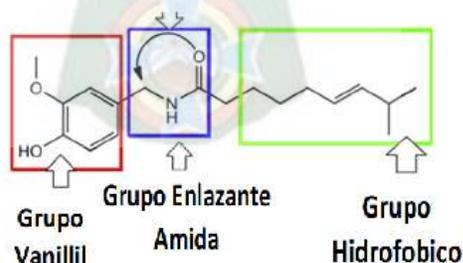
La disolución separada se denomina flujo superior o extracto, recibiendo el nombre de refinado, flujo inferior o lodos el sólido inerte.

2.8.2.2. EXTRACCIÓN ACIDO – BASE

Una extracción ácida – base es un tipo de extracción líquido-líquido. Típicamente involucra diferentes niveles de solubilidad en agua y un solvente orgánico. El disolvente orgánico puede ser cualquier líquido a base de carbono que no se disuelva muy bien en agua; los más comunes son éter y acetato de etilo.

Este tipo de extracción es normalmente usada para separar compuestos entre sí en función de sus propiedades ácido – base. El método se basa en el supuesto de que la mayoría de los compuestos orgánicos son más solubles en solventes orgánicos que en agua. Sin embargo, si el compuesto orgánico se vuelve iónico, se vuelve más soluble en agua que en el disolvente orgánico. Estos compuestos pueden convertirse fácilmente en iones agregando un protón (un ion H^+), convirtiendo el compuesto en un ion positivo, o eliminando un protón, convirtiendo el compuesto en un ion negativo. (Schaller, 2013)

Figura 5. Estructura de la capsaicina

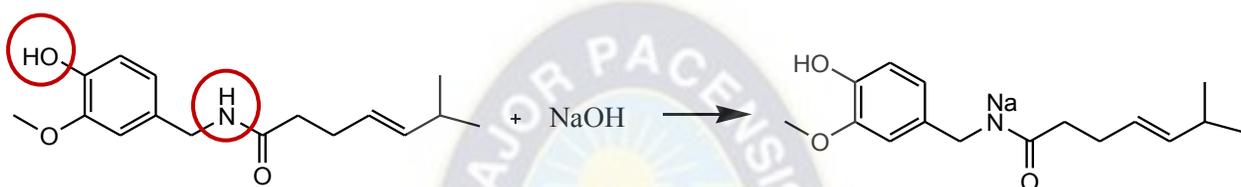


Fuente : *World of Chemicals* (Cázares Sanchez, 2005)

En el caso de los capsaicinoides al usar una solución básica el grupo OH ataca al grupo enlazante amida, con lo cual la estructura es forzada a ser soluble en la fase acuosa, pasando a esta fase todos los compuestos que tengan esta estructura u otros

que sean solubles en agua, conteniendo finalmente esta fase los capsaicinoides y la fase orgánica, conteniendo todos los componentes insolubles en agua, como grasas, betacarotenos, etc. Para ello se requiere formar una emulsión con ambas fases insolubles para aumentar la superficie de contacto entre ambos, es común usar un agitador, durante un tiempo determinado, posteriormente al separar ambas fases, se separan los compuestos.

Figura 6. Esquema de reacción en Capsaicina



Fuente: Elaboración Propia

Sin embargo, el compuesto básico está atascado en el agua, y ya no es el mismo compuesto, es un ion, ahora, si se quiere el compuesto original en forma pura, se necesita eliminar ese protón, esto se puede hacer agregando un protón mediante la reacción con un ácido fuerte, es decir neutralizando la fase acuosa, así el compuesto orgánico no está cargado y ya no es soluble en agua. (Schaller, 2013). Con lo que puede ser recogido con un solvente orgánico como acetato de etilo en el caso de los capsaicinoides.

2.8.3. METODOS DE EXTRACCION

La separación de una mezcla de compuestos sólidos, se puede llevar a cabo aprovechando diferencias de solubilidad en un determinado disolvente. En el caso favorable, una mezcla de sólidos, en la cual uno de los compuestos, es soluble en un determinado disolvente, normalmente un disolvente orgánico, mientras que los otros son insolubles. Los métodos de extracción se pueden dividir de la siguiente manera:

Figura 7. Métodos de Extracción



Fuente: *Introducción a la industria de los aceites esenciales* (SENA, 2009)

2.8.4. FACTORES QUE INFLUYEN EN EL PROCESO DE EXTRACCION

2.8.4.1. TAMAÑO DE PARTÍCULA

El tamaño de la partícula, influye en el proceso de extracción de diversas maneras. Cuanto más pequeño el tamaño mayor es el área de contacto entre el sólido y el líquido, por lo tanto, más elevada es la velocidad de transferencia de materia. Además, menor es la distancia que debe recorrer el soluto por el interior del sólido, por otra parte, la superficie puede no ser utilizada de una forma totalmente eficaz con un material muy fino, por lo que tampoco es recomendable un tamaño de partícula demasiado pequeño ya que dificultaría la circulación del líquido y el posterior filtrado. (Treybal, 1995)

2.8.4.2. DISOLVENTE

El disolvente debe ser selectivo, con una viscosidad suficientemente baja para que pueda circular con facilidad. En general se utiliza un disolvente relativamente puro, y a medida que la extracción vaya teniendo lugar la concentración del soluto aumentará y la velocidad de extracción disminuirá progresivamente, en primer lugar, debido a la

disminución del gradiente de concentración, y, en segundo lugar, porque la disolución aumentará generalmente su viscosidad. (Geankoplis, 1998).

a) SELECCIÓN DE SOLVENTES

Los compuestos orgánicos tienden a disolverse bien en solventes que tienen propiedades similares a ellos mismos. Este principio a menudo se denomina "disoluciones similares", lo que significa que las moléculas polares generalmente se disolverán bien en solventes polares y las moléculas no polares generalmente se disolverán en solventes no polares, así mismo la estructura del compuesto que se busca aislar ayuda en la identificación del solvente adecuado, por ejemplo algunos compuestos no polares pueden interactuar con solventes polares debido a que solo una parte de su estructura es no polar, mientras que otra parte si lo es.

En la estructura de los capsaicinoides se observa que un extremo de la molécula está formado por una larga cola de hidrocarburos, sin embargo, las polaridades de los enlaces individuales se organizan de tal manera que se anulan entre sí, es por esto que la estructura de los capsaicinoides termina siendo no polar, en general, debido a su estructura molecular, especialmente la larga cola de hidrocarburo no polar.

Además de la estructura se debe tener en cuenta las normas referentes a los solventes, de acuerdo a la FAO (Food and Agriculture Organization), Organización para la alimentación y la Agricultura de las Naciones Unidas, los solventes de extracción que pueden ser utilizados durante el procesamiento de materia prima de productos que vayan a usarse para consumo humano son: Dióxido de Carbono, Óxido nitroso, Etanol, Acetato de Etilo, Propano y Butano, estos solventes de extracción están permitidos para todos los usos, de acuerdo con las buenas prácticas de fabricación siempre que, todos los residuos o derivados resultantes están presentes solo técnicamente, en cantidades inevitables que no representen ningún peligro para la salud humana.

Además de estos solventes existen otros que solo pueden usarse bajo condiciones específicas: Hexano, Metanol y Acetato de Metilo.

2.8.4.3. RELACION SOLUTO – SOLVENTE

Este factor evita la saturación del disolvente, y la extremada disminución de concentraciones. Una saturación, no permite solubilizar mayor soluto, y una baja concentración disminuye la difusión del soluto hacia el disolvente. La cantidad de soluto que puede disolverse estará limitada por la saturación de la disolución. (Geankoplis, 1998).

2.8.4.4. TEMPERATURA

Generalmente el rendimiento de la extracción aumenta al elevar la temperatura de operación debido a que a mayores temperaturas:

- Aumenta la Solubilidad del Solute
- Se incrementa la difusión
- Disminuye la viscosidad

Así mismo, se eleva la velocidad de extracción. El incremento de temperatura se realiza dentro de un rango permisible para evitar transformaciones químicas en la estructura del soluto.

2.8.4.5. TIEMPO DE EXTRACCION

Se refiere al tiempo necesario para que el soluto pueda difundirse completamente en el disolvente. Así a mayores temperaturas el tiempo de extracción disminuye.

2.8.4.6. AGITACION

La agitación permite:

- Incrementar la transferencia de masa de interfase, debido a que todos los sólidos se encuentran en suspensión.
- Disminuir el tiempo de extracción.
- Mantiene la suspensión de sólidos en el líquido y evita la sedimentación de partículas.

2.8.5. DISEÑO EXPERIMENTAL

El diseño experimental comprende una serie de pruebas en las que se realizan cambios deliberados en las variables de entrada (factores) para identificar las razones de cambios en las variables de salida o variables dependientes (respuesta).

El objetivo de la experimentación es obtener información que permita comprender mejor un sistema (un procedimiento analítico, por ejemplo) y tomar decisiones sobre como optimizarlo, en este caso mejorar y optimizar el proceso de extracción en base a la variable respuesta. Por lo tanto, la experimentación se debe planificar (diseñar) cuidadosamente para que proporcione la información buscada. (Pulido, 2008)

Los principios básicos del diseño de experimentos son: la realización de réplicas, que ayudan a estimar el error experimental, aleatorización que ayuda a obtener un promedio de los efectos de los factores, y formación de bloques, que son utilizados para mejorar la precisión de las comparaciones que se hacen entre factores de interés.

2.8.5.1. PUNTOS GENERALES PARA REALIZAR UN DISEÑO EXPERIMENTAL

- Identificación y enunciado claro del problema.
- Selección de los factores, los niveles y los rangos, los factores potenciales o factores perturbadores del diseño, son aquellos que se hacen variar en el experimento.
- Selección de la variable respuesta, esta variable es la que proporciona información útil del proceso.
- Elección del diseño experimental, se debe tener en mente los objetivos experimentales y estimar que factores causan cambios.
- Realización del experimento
- Análisis estadístico de los datos, se debe usar métodos estadísticos para analizar los datos a fin de los resultados y conclusiones sean objetivos.

2.8.6. DISEÑO FACTORIAL 2^k

Los diseños factoriales son utilizados en experimentos en los que intervienen varios factores para estudiar el efecto conjunto de estos sobre una respuesta.

El diseño experimental 2^K es muy útil en las primeras fases de trabajo experimental, cuando es probable que haya muchos factores por investigar. Este diseño realiza menor número de corridas con las cuales puede estudiarse K factores en un diseño factorial completo. (Pulido, 2008)

2.9. IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACIÓN DE CAPSAICINOIDES

2.9.1. CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA

La cromatografía en columna es quizás el método más general, utilizado para la separación, a la vez que, para la purificación, de diferentes compuestos orgánicos que se encuentren en estado sólido o líquido. (Skoog, 2008)

En este tipo de cromatografía, la fase estacionaria utilizada, se coloca en el interior de una columna de vidrio, la cual finaliza con una llave para controlar el paso de sustancias al exterior de la columna. La fase estacionaria se impregna con el eluyente o fase móvil, seguidamente la mezcla orgánica de interés para separar es depositada por la parte superior de la fase estacionaria, y así la fase móvil podrá ir atravesando el sistema.

Figura 8. Secuencia de la Columna Cromatográfica



Fuente: Cromatografía en Columna (Plangiero, 2015)

2.9.1.1. PROCEDIMIENTOS DE EMPAQUEAMIENTO

Las columnas pueden ser empaquetadas o de tubo abierto. Una columna empaquetada se llena con partículas que contienen la fase estacionaria y los materiales más usados para los tubos de las columnas son de acero inoxidable y de vidrio, siendo el primero preferido por la manipulación más fácil. En estas columnas,

el soporte debe ser un sólido poroso con gran área superficial, inerte y con una buena resistencia mecánica. Los compuestos empleados para empaquetamiento varían, entre los cuales podemos encontrar: tierra de diatomeas (más empleado en CG), alúminas, resinas de intercambio iónico o compuestos de sílice como SiO₂ amorfo, sin embargo, el más usado es el gel de sílice. (Sanchez, 2007)

2.9.1.2. APLICACIÓN DE LA MUESTRA

Cuando se introduce en la columna cierta cantidad de muestra, ésta se queda en una zona de cierta altura en la columna. Se debe introducir la muestra en la columna de manera que quede homogénea. Si entonces se introduce el disolvente, comienza el desplazamiento de la zona a lo largo de la columna.

2.9.1.3. PROCEDIMIENTO DE LA ELUCION

Los compuestos que se encuentran disueltos en la fase móvil, son recogidos en fracciones. Las fracciones menos polares, que son por lo general las que se retienen poco o nada en el absorbente, serán las primeras en salir de la columna. En cambio, las sustancias más polares, quedan retenidas por más tiempo en el absorbente, y a menudo es necesario el uso de diferentes disolventes con la finalidad de incrementar su polaridad para que sean arrastradas por estos. (Skoog, 2008)

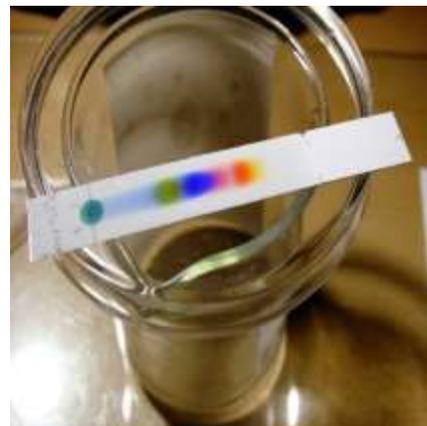
El tiempo que se necesita para hacer fluir un compuesto por la columna, se conoce con el nombre de tiempo de retención. Este tiempo varía, siendo característico de cada compuesto en unas condiciones cromatográficas determinadas, que varían según el absorbente usado, el disolvente, la presión, el diámetro que tenga la columna utilizada, etc.

2.9.2. CROMATOGRAFIA CAPA FINA (CCF O TLC)

La CCF es una técnica analítica y tiene como objetivo el análisis de una mezcla de componentes. Debido a su simplicidad y velocidad, la CCF se utiliza a menudo para monitorizar las reacciones químicas y también para el análisis cualitativo de los compuestos, de esta forma permite conocer de manera rápida y sencilla cuántos componentes hay en una mezcla.

a. **Procedimiento.** - Se deposita una pequeña cantidad de la muestra problema en disolución en un punto en la parte inferior de la placa. Entonces la placa se introduce en una cubeta cromatográfica, de forma que sólo la parte inferior de la placa queda sumergida en el líquido. Luego la fase móvil asciende por la placa. (Plangiero, 2015)

Figura 9. Placa TLC



Fuente: (Plangiero, 2015)

b. **Visualización de las manchas.** - Si los compuestos son coloreados se pueden observar las manchas a simple vista. Si no es así, hay varios métodos para visualizar las manchas correspondientes a cada componente de la mezcla: Utilizar luz ultravioleta (UV254) para observar la placa. (Plangiero, 2015). Utilizar reveladores, por ejemplo, vapores de yodo que es un reactivo inespecífico. Emplear reactivos específicos para desarrollar coloración en las manchas.

2.9.3. ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA VISIBLE *UV - VIS*

La técnica del espectro de absorción *UV-VIS* posee una ventaja principal que es la selectividad. Donde los grupos característicos pueden reconocerse en moléculas de complejidad ampliamente variable. Una gran parte de una molécula relativamente compleja puede resultar transparente en el *UV-VIS* de modo que existe la posibilidad de obtener un espectro similar al de una molécula más simple. (Silvertein R.M. Morril. T.C.)

2.9.3.1. ESPECTRO DE ABSORCIÓN

El espectro de absorción es una representación gráfica que indica la cantidad de luz absorbida (ϵ) a diferentes valores de λ . A partir de una solución diluida de un compuesto, cuya absorbancia máxima entra dentro del rango de medida del espectrofotómetro, se verá el valor de absorbancia a diferentes longitudes de onda frente a un blanco que contenga el disolvente de la solución de la muestra a caracterizar. A partir del espectro de absorción se obtendrá el valor de λ al que el compuesto presenta la mayor absorbancia (λ_{\max}). Dicho λ se utilizará a la hora de

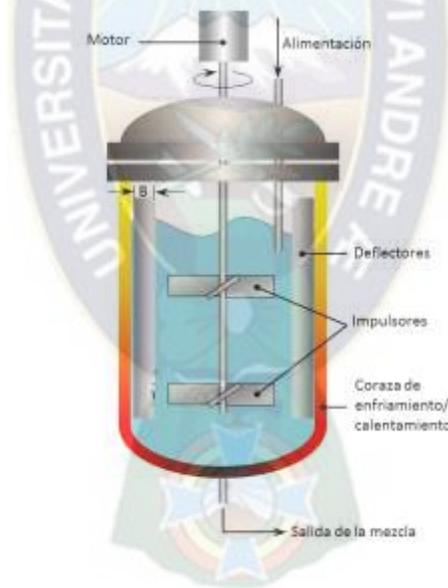
hacer determinaciones cualitativas y cuantitativas del compuesto. El espectro de absorción de un cromóforo depende, fundamentalmente, de la estructura química de la molécula. (Underwood, 1989)

2.10. DISEÑO DEL EXTRACTOR

2.10.1. TANQUE AGITADO

Los líquidos se agitan con más frecuencia en tanques o recipientes de forma cilíndrica, la parte superior puede estar abierta o cerrada al aire, las proporciones del tanque varían bastante dependiendo de la naturaleza del problema de agitación. Sin embargo, en muchas situaciones se utiliza un diseño estandarizado con el fondo del tanque redondeado y no plano, con el fin de eliminar las regiones donde no penetrarían las corrientes de fluido. (Geankoplis, 1998).

Figura 10. Tanque típico de proceso con agitación



Fuente: *Agitación y Mezclado* (Uribe A. , 2012)

La altura del líquido es aproximadamente igual al diámetro del tanque. El rodete está instalado sobre un eje suspendido, es decir un eje soportado en la parte superior y está accionado por un motor a veces directamente conectado al eje. Usualmente los tanques de extracción también llevan incorporados accesorios serpentines o chaquetas u otros instrumentos de medida de la temperatura.

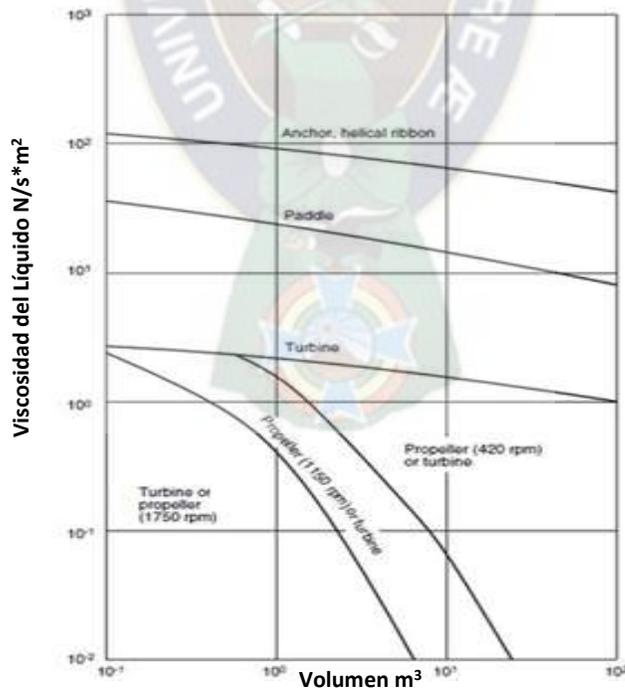
2.10.2. IMPULSORES

Los tres principales tipos de impulsores son de palas, turbinas y hélices. Si bien existen otros tipos, los mencionados solucionan entre un 95 y 100% de todos los problemas de agitación. Cerca del impulsor se produce una zona de corrientes rápidas, una elevada turbulencia y un intenso esfuerzo de corte.

El impulsor se compone generalmente de aspas, que giran a velocidades altas o medias sobre un eje montado centralmente en el estanque, este puede ser abierto, semicerrado o cerrado y el diámetro puede variar entre un 30 y un 50 % del diámetro del estanque. Los impulsores de turbina son eficaces para un amplio intervalo de viscosidades, en líquidos de baja viscosidad estos impulsores generan fuertes corrientes que se distribuyen por todo el estanque, destruyendo bolsas de fluido estancado. (Uribe, 2013)

Para el tipo de turbina que se usa se puede usar el siguiente diagrama en el que de acuerdo a la viscosidad y el volumen es posible seleccionar el tipo de agitador:

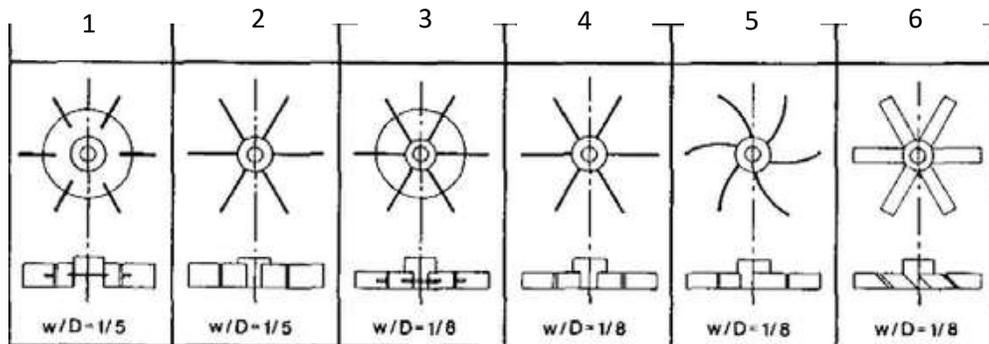
Figura 11. Selección del agitador



Fuente : *Guide to trouble free mixers* (Penny, 1970)

A continuación, se muestran distintos tipos de agitadores de turbina

Figura 12. Tipos de agitadores de Turbina



Fuente: *Manual del Ingeniero Químico* (Perry, 1999)

Considerando bajas viscosidades en sistemas con deflectores, (deflectores en las paredes del sistema). Se tiene que las turbinas de la figura 10 son:

- 1 y 3: Turbina de tipo hoja planas y disco o Turbina de Rushton (Radial)
- 2 y 4: Turbina abierta de tipo hojas planas (Radial)
- 5: Turbina abierta de tipo hojas curvas (Axial)
- 6: Turbina de tipo hojas inclinadas (Axial)

Lo ideal para una extracción en la cual el solvente tiene baja viscosidad, es una turbina plana con hojas inclinadas que genera flujo axial y partículas en suspensión, que es lo que se requiere para una extracción sólido líquido. Lo más común para este tipo de turbina viene a ser una inclinación de cuarenta y cinco grados como lo es la turbina 6 de la figura 12.

2.10.3. CONSUMO DE POTENCIA EN TAQUES AGITADOS

Con frecuencia la turbulencia de la corriente, en operaciones de mezcla, controla la eficacia de la operación. La turbulencia es una consecuencia de que las corrientes estén adecuadamente dirigidas y de que se generen grandes gradientes de velocidad en el líquido, pero tanto la circulación como la generación de turbulencia consumen energía.

Aun cuando tanto la velocidad de flujo como la disipación de potencia aumentan con la velocidad del agitador, la selección del tipo y tamaño del agitador influye sobre estos. En general se utilizan grandes agitadores que se mueven a velocidades medias para promover el flujo y agitadores más pequeños a velocidad elevada cuando lo que se requiere es una elevada turbulencia interna.

2.10.4. DISEÑO DEL TANQUE DE AGITACION

Varios tipos de recipientes y tanques de diferentes formas y tamaños geométricos se utilizan para el mezclado de fluidos. Las proporciones geométricas del sistema de agitación que se considera como el diseño “normal” típico son:

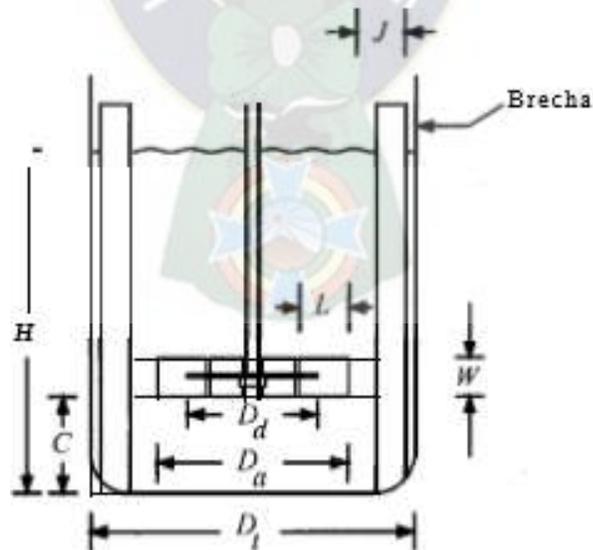
Figura 13. Proporciones Geométricas para un sistema de agitación Normal

$$\frac{J}{D_t} = \frac{1}{12} \quad \frac{D_d}{D_a} = \frac{2}{3} \quad \frac{C}{D_t} = \frac{1}{3}$$
$$\frac{L}{D_a} = \frac{1}{4} \quad \frac{W}{D_a} = \frac{1}{8} \quad \frac{H}{D_t} = 1$$
$$\frac{E}{D_{a2}} = \frac{1}{3} \quad \frac{D_a}{D_t} = \frac{1}{3}$$

Fuente: *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias* (Geankoplis, 1998)

En algunos casos, para las correlaciones del agitador, $W/D_a = 1/8$. El número de deflectores en la mayoría de los usos es 4. El claro o brecha entre los deflectores y la pared suele ser de 0.10 a 0.15 J para asegurar que el líquido no forme bolsas cerca de esa zona. (Geankoplis, 1998)

Figura 14. Parámetros del Tanque



Fuente: *Procesos de Transporte y Operaciones Unitarias* (Geankoplis, 1998)

Estas proporciones relativas son la base de las correlaciones principales del desempeño de los agitadores como se observa en la figura 11. En pocas correlaciones la relación entre el deflector y el diámetro del tanque es $J/D_t = 1/10$ en lugar de $1/12$.

2.10.5. PARAMETROS CARACTERISTICOS EN AGITADORES

2.10.5.1. NUMERO DE POTENCIA

El consumo de potencia se relaciona con la densidad del fluido, su viscosidad, la velocidad de rotación y el diámetro impulsor D_a . El número de potencia es:

$$N_p = \frac{P}{\rho \cdot N^3 \cdot D_a^5}$$

Dónde:

$$N = \text{Velocidad de agitación [rev/s]} \quad D_a = \text{Diámetro Impulsor [m]}$$

$$\rho = \text{Densidad de la mezcla [Kg/m}^3\text{]} \quad P = \text{Potencia [W] o [J/s]}$$

2.10.5.2. NUMERO DE REYNOLDS

Con diversos estudios se ha demostrado que la transición del flujo laminar al turbulento en tuberías no está sólo en la función de la velocidad, sino, también de la densidad y viscosidad de fluido y del diámetro del tubo. Estas variables se combinan en la expresión del número de Reynolds, que es adimensional:

$$N_{Re} = \frac{N \cdot D^2 \cdot \rho}{\mu}$$

Dónde:

$$N = \text{Velocidad de Agitación [rev/s]} \quad \mu = \text{Viscosidad [Kg/m} \cdot \text{s]}$$

$$\rho = \text{Densidad del fluido [Kg/m}^3\text{]} \quad D_a = \text{Diámetro del agitador [m]}$$

El valor del número de Reynolds define si el carácter del fluido es turbulento o laminar. Además, se considera que el paso entre el régimen laminar y el turbulento no es inmediato, pasando por una zona de transición. Se define de la siguiente manera:

- Régimen laminar: $N_{Re} < 10$
- Régimen transitorio: $300 < N_{Re} < 10000$
- Régimen turbulento: $N_{Re} > 10000$

2.10.6. ESCALA BENCH

En las industrias de procesos los datos experimentales suelen estar disponibles a partir de un sistema de agitación de tamaño de laboratorio, y se desea aumentar la escala de los resultados para replicar resultados, obtenidos en el laboratorio, a mayor escala. El principal problema en el diseño de un agitador es el cambio de escala desde un agitador de laboratorio hasta una escala Bench para una posterior escala Piloto y escala Industrial.

Existen varias formas de escalar un agitador, la semejanza geométrica, por ejemplo, es importante y la más fácil de lograr, la semejanza cinemática puede definirse en términos de razones de velocidades o de tiempos, la semejanza dinámica requiere proporciones fijas de fuerzas viscosas inerciales o gravitatorias. Aún si se logra la semejanza geométrica, dinámica y cinemática, no siempre se pueden obtener al mismo tiempo. Por consiguiente, a veces lo que el diseñador debe hacer es confiar en su buen juicio y experiencia para hacer el aumento de escala

Para el aumento de escala se sugiere un procedimiento paso a paso para aumentar de escala desde las condiciones iniciales, donde los tamaños geométricos son: D_{a1} , D_{t1} , H_1 , W_1 , y de la misma forma todos los datos con la misma nomenclatura, hasta las condiciones finales de D_{a2} , D_{t2} , etc.

La razón de aumento de escala R , suponiendo que el recipiente original es un cilindro estándar con $D_{t1} = H_1$, ya que esto facilita el escalamiento y obtención de una relación de escala, el volumen V_1 es:

$$V_1 = \frac{\pi}{4} \cdot D_{t1}^2 \cdot H_1 \rightarrow V_1 = \frac{\pi}{4} \cdot D_{t1}^3$$

Por consiguiente, la relación de volúmenes es:

$$\frac{V_2}{V_1} = \frac{\pi/4 \cdot D_{t2}^3}{\pi/4 \cdot D_{t1}^3} \rightarrow \frac{V_2}{V_1} = \frac{D_{t2}^3}{D_{t1}^3}$$

Entonces la relación será:

$$R = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{1/3} = \left(\frac{D_{t2}^3}{D_{t1}^3}\right)^{1/3} \rightarrow R = \frac{D_{t2}}{D_{t1}}$$

El valor de R se aplica a todas las dimensiones:

$$D_{a2} = R \cdot D_{a1}$$

Después se elige una regla de aumento de escala y se aplica para determinar la rapidez del agitador N_2 , que debe usarse para replicar los resultados a pequeña escala obtenidos usando N_1 :

$$N_2 = N_1 \cdot \left(\frac{1}{R}\right)^n \quad \rightarrow \quad N_2 = N_1 \cdot \left(\frac{D_{t1}}{D_{t2}}\right)^n$$

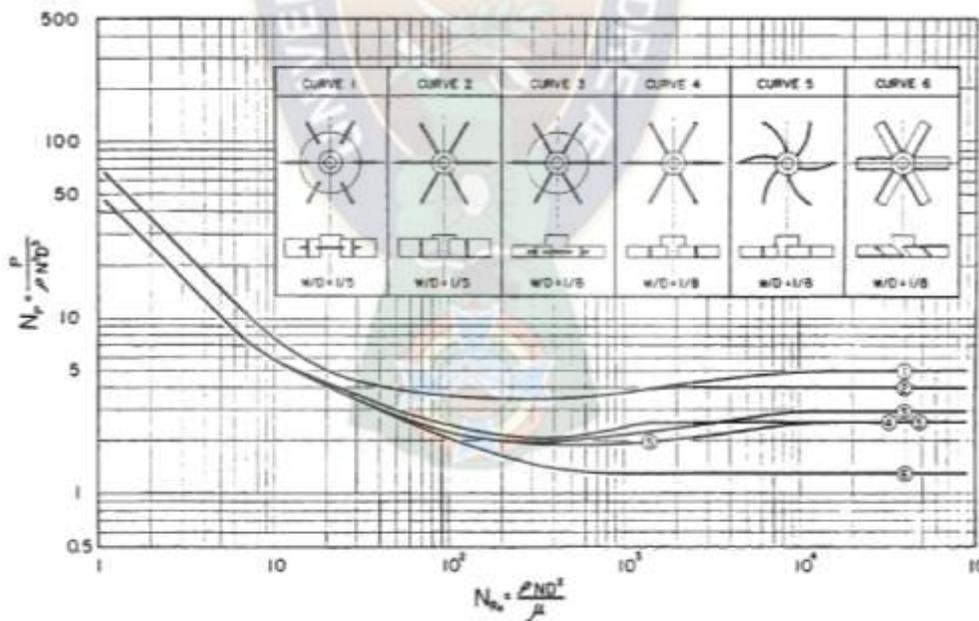
Donde:

$n = 1$ para igual movimiento de líquidos.

$n = 3/4$ para igual suspensión de sólidos.

$n = 2/3$ para iguales tasas de transferencia de masa.

Este valor de n se basa en consideraciones empíricas y teóricas. Al conocer N_2 , la potencia necesaria puede determinarse usando la ecuación del Número de potencia y la gráfica 1



Gráfica 1: Correlaciones de potencia para diversos impulsores y deflectores

Fuente: *Manual del Ingeniero Químico* (Perry, 1999)

De esta manera se conoce el número de potencia con lo cual se puede hacer el cálculo de los datos necesarios para el diseño del extractor.

2.10.7. CÁLCULO DEL DIÁMETRO DEL EJE CONECTADO AL AGITADOR

Tanto las tensiones como las desviaciones deben considerarse en el diseño de ejes. Un eje generalmente se diseña primero con consideraciones de tensión y deflexiones una vez que la geometría está completamente definida, los cálculos de deflexión requieren que antes se defina toda la geometría del eje. (Norton, 2010)

La ANSI/ASME ha definido un enfoque estándar para el diseño de ejes de transmisión, este estándar presenta un enfoque simplificado, asume que la carga tiene un componente de flexión media cero y torque estable a un nivel que crea tensiones por debajo de la resistencia a la torsión del material, el estándar establece que muchos ejes de máquinas se encuentran en esta categoría. (Norton, 2010) . Con lo que se tiene la siguiente ecuación:

$$D_e = \left[\frac{32 \cdot N_f}{\pi} \cdot \sqrt{\left(K_f \cdot \frac{M_a}{S_f} \right)^2 + \frac{3}{4} \cdot \left(\frac{T_m}{S_y} \right)^2} \right]^{\frac{1}{3}}$$

Donde:

De = Diámetro del eje del impulsor [pulg.]

n = Factor de diseño

K_f = Valores de diseño para la flexión

M = Momento flexionante [lb – pulg.]

S_n = Resistencia a la fatiga [PSI]

T_m = Momento de torsión del eje [lb – pulg.]

S_y = Resistencia de la fluencia [PSI]

No se necesita factor de concentración de esfuerzos en el término de esfuerzo constante torsional, ya que se supone constante y las concentraciones de esfuerzo tienen poco o ningún efecto sobre el potencial de falla. En el caso del eje para el agitador no existen aplicadas fuerzas transversales que causen flexión, por tanto, la ecuación para el cálculo del eje se reduce a:

$$D_e = \left[\frac{32 \cdot N_f}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{3}{4} \cdot \left(\frac{T_m}{S_y} \right)^2} \right]^{\frac{1}{3}}$$

Para el cálculo de T_m se usa la ecuación:

$$T_{tor} = \frac{P}{n} = \frac{\text{Potencia}}{\text{velocidad angular}} = [lb - pulg]$$

2.11. DISEÑO DEL SISTEMA DE CALENTAMIENTO

En la actualidad se utilizan tres tipos de sistemas de intercambio de calor:

- Chaquetas de enfriamiento o calentamiento.
- Serpentes de tubería.
- Calentadores eléctricos de inmersión

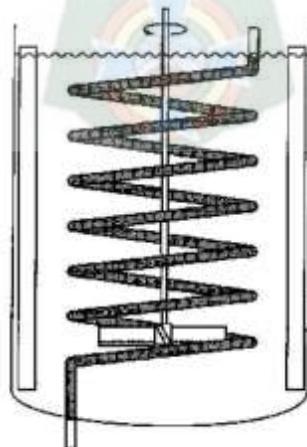
2.11.1. CHAQUETA

Se denomina chaqueta al doble fondo o encamisado de un recipiente. El propósito de este equipo generalmente es calentar el contenido del recipiente. Son bastante menos eficientes que los serpentines, tienen mayor costo y resultan bastante difíciles de limpiar mecánicamente porque el acceso al interior de la camisa es complicado. Un serpentín de la misma superficie tiene un intercambio de calor bastante mayor. (Kayode, 2001)

2.11.2. SERPENTIN

Un intercambiador de serpentín es un simple tubo que se dobla en forma helicoidal y se sumerge en el líquido. Se usa normalmente para tanques y puede operar por convección natural o forzada. Debido a su bajo costo y rápida construcción se improvisa fácilmente con materiales abundantes en cualquier taller de mantenimiento. (Kayode, 2001)

Figura 15. Serpentín Helicoidal



Fuente: *Modeling of Chemical kinetics and Reactor Design* (Kayode, 2001)

El diseño térmico del serpentín del tanque consiste en la determinación del área de transferencia de calor requerida para subir o bajar la temperatura del contenido en un intervalo de tiempo.

2.11.3. CALENTADOR ELÉCTRICO DE INMERSIÓN

Es un dispositivo que se instala mediante pernos a una brida coincidente soldada a la pared del tanque. Consiste de un haz de resistencias eléctricas tubulares en forma de U, soldadas a la brida. Los elementos de calentamiento pueden estar hechos de cobre, acero, acero inoxidable, o aleaciones de níquel-cromo.

2.12. RADIO DE AISLAMIENTO

Entre más grueso sea el aislamiento, más baja es la razón de la transferencia de calor, ya que el área de la transferencia de calor es constante y agregar aislamiento siempre incrementa la resistencia térmica de la pared sin incrementar la resistencia a la convección, sin embargo, agregar aislamiento a un tubo cilíndrico o a una capa esférica es un asunto diferente. El aislamiento adicional incrementa la resistencia a la conducción de la capa de aislamiento, pero disminuye la resistencia a la convección de la superficie debido al incremento en el área exterior. La transferencia de calor del cilindro puede aumentar o disminuir, dependiendo de cuál sea el efecto que domine. (Cengel, 2007). Para ello se calcula el radio crítico de aislamiento:

$$r_c = \frac{k}{h}$$

La razón de la transferencia de calor del cilindro:

- Aumenta con la adición de aislamiento para $r < r_c$.
- Alcanza un máximo cuando $r = r_c$
- Decrece con la adición de aislamiento para $r > r_c$

2.12.1. NUMERO DE RAYLEIGH

El número de Rayleigh puede interpretarse conceptualmente como el parámetro adimensional que mide la importancia relativa entre los efectos de las fuerzas de flotabilidad y los efectos de las fuerzas de viscosidad y de la conducción térmica. Así mismo es el producto de los números de Grashof y de Prandtl (Cengel, 2007):

$$Ra = \frac{g \cdot \beta \cdot (T_s - T_\infty) \cdot d^3}{\nu^2} \cdot Pr$$

1.1.1. NUMERO DE NUSSOLT

El número de Nusselt (Nu) es un número adimensional que mide el aumento de la transmisión de calor desde una superficie por la que un fluido discurre, comparada con la transferencia de calor si ésta ocurriera solamente por conducción (Cengel, 2007).

$$Nu = \left\{ 0,6 + \frac{0,387 \cdot Ra^{\frac{1}{6}}}{\left[1 + \left(\frac{0,559}{Pr} \right)^{\frac{9}{16}} \right]^{\frac{8}{27}}} \right\}^2$$

La ecuación es dada para una placa vertical, sin embargo, al tratarse de un cilindro vertical, este puede tratarse con la ecuación para placa vertical, si se tratase de un cilindro horizontal, la ecuación sería por completo diferente. (Cengel, 2007)

Con el número de Nusselt puede hallarse el coeficiente de transferencia de calor:

$$h = \frac{Nu \cdot k}{l}$$

Capítulo 3



Metodología Experimental

CAPITULO 3

3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

3.1. CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

3.1.1. RECOLECCION DE LA MATERIA PRIMA

El locoto utilizado en el presente proyecto de grado proviene de la región de Los Yungas, específicamente Nor Yungas, con el código [1664], el Arivivi usado con el código [581] proviene de la región de La Recaja, Mapiri y San Buena Aventura, ambas en el Departamento de La Paz.

3.1.2. TRATAMIENTO DE LA MATERIA PRIMA

Los locotos y Arivivi reciben un tratamiento previo que se sigue de igual forma en ambos y consiste en lo siguiente:

Figura 16. Tratamiento de la materia Prima (locoto)



Fuente: Elaboración Propia

3.1.3. CARACTERÍSTICAS FÍSICAS Y AGRONÓMICAS

Se tienen las características físicas y morfológicas de cada especie utilizada, gracias al catálogo de ajíes provisto por la fundación PROINPA.

3.1.4. CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS

Se utiliza normas bolivianas que se adecuan al presente proyecto debido a que estas dan procedimientos para caracterización que podemos adaptar para tratar Locoto y Arivivi, estos procedimientos son generales para materia sólida orgánica, el detalle para el procedimiento está en el Anexo A:

- NB 312026 – Determinación de Humedad.
- NB 312027 – Determinación de Materia Grasa.
- NB 312028 – Determinación de Fibra Cruda.
- NB 312029 – Determinación de Proteínas Totales.
- NB 312030 – Determinación de Cenizas.
- NB 312031 – Determinación de Hidratos de Carbono.

3.1.5. PRUEBAS FITOQUÍMICAS CUALITATIVAS ESPECÍFICAS

Se hacen pruebas fitoquímicas, para determinar la presencia de alcaloides, saponinas, esteroides, azúcares, triterpenos, glicósidos cardíacos, fenólicos y flavonoides en los extractos de locoto y Arivivi. En el anexo B se detalla el procedimiento de cada prueba.

Tabla 8. Pruebas Fitoquímicas cualitativas específicas a realizar en extractos de locoto y Arivivi.

Compuesto	Test
Alcaloides	<ul style="list-style-type: none">• Mayer
Azúcares	<ul style="list-style-type: none">• Fehling
Saponinas	<ul style="list-style-type: none">• Test de Espuma
Triterpenos	<ul style="list-style-type: none">• Lieberman• Bouchard
Glicósidos cardíacos	<ul style="list-style-type: none">• Kedde• Bajlet

	<ul style="list-style-type: none"> • Keller-Killiani
Fenólicos	<ul style="list-style-type: none"> • Cloruro Férrico
Taninos	<ul style="list-style-type: none"> • Acetato de Plomo • Gelatina
Flavonoides	<ul style="list-style-type: none"> • Shinoda
Proteínas	<ul style="list-style-type: none"> • Ninhidrina
Cumarinas	<ul style="list-style-type: none"> • Fluorescencia
Aceites no volátiles	<ul style="list-style-type: none"> • Test de punto

Fuente: Elaboración Propia

3.2. METODOLOGÍA PARA IDENTIFICAR LAS VARIABLES DEL PROCESO

Se necesita de pruebas preliminares que permitan identificar las variables más influyentes en el proceso de extracción.

Para la identificación de las variables de extracción, se considera lo siguiente:

Figura 17. Diagrama de Ishikawa



Fuente: Elaboración Propia

Las variables que influyen en el proceso de extracción de acuerdo al diagrama de Ishikawa son:

- ✓ Tiempo de extracción
- ✓ Temperatura.
- ✓ Relación soluto – solvente.
- ✓ Nivel de Agitación.
- ✓ Tamaño de Partícula.

3.2.1. REDUCCIÓN Y SELECCIÓN DEL TAMAÑO

Los tamices de la serie ASTM permiten clasificar de acuerdo al tamaño de partícula, según el número de malla, desde una malla N° 20 (0,841 mm) hasta una malla N° 100 (0.149 mm).

Tabla 9. Cuadro de series de Tamices ASTM

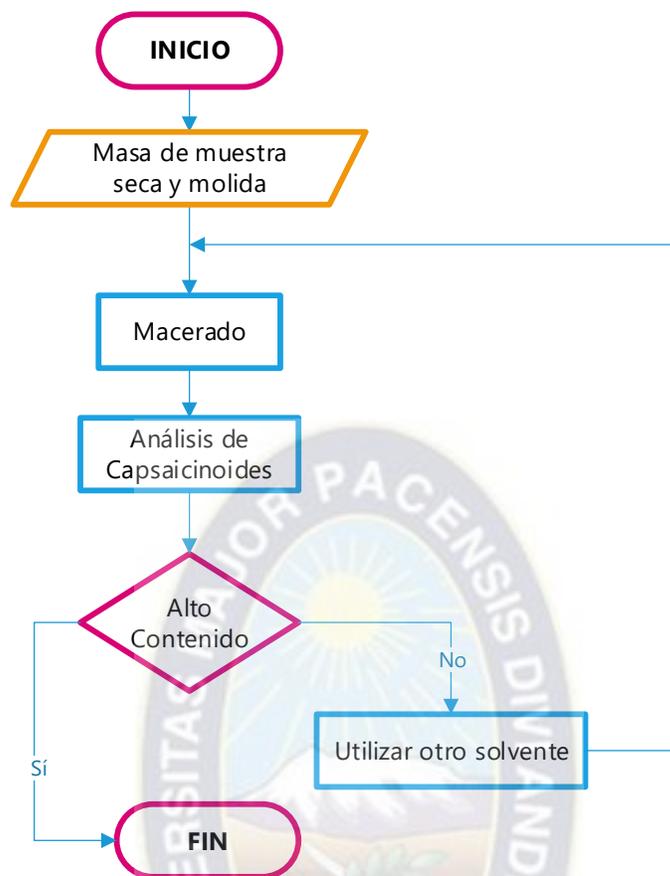
Tamiz	N° de Malla	Tamaño de Partícula (mm)
ASTM	20	0,841
ASTM	30	0,595
ASTM	40	0,420
ASTM	50	0,297
ASTM	60	0,250
ASTM	70	0,210
ASTM	100	0,149

Fuente: Elaboración Propia

3.2.2. SELECCIÓN DE SOLVENTES

Para la selección de solventes se toman en cuenta 3 solventes: etanol, éter de petróleo (60 - 80) y acetato de etilo, se utilizan estos debido a las normas de la FAO para solventes de extracción utilizados o destinados al uso en la producción de productos alimenticios, ingredientes alimentarios, o algún producto que vaya tenga contacto a nivel fisiológico con el ser humano. El éter de petróleo puede reemplazar al hexano debido a que tienen la misma polaridad y dado que la estructura en los capsaicinoides tiene una cola de hidrocarburo altamente no polar se usa este solvente.

Figura 18. Procedimiento para selección de Solvente



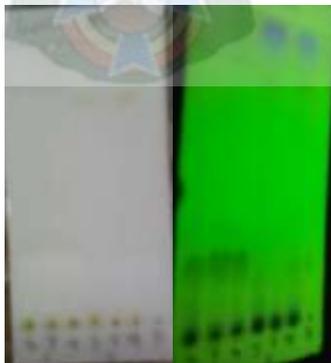
Fuente: *Elaboración Propia*

3.3. IDENTIFICACIÓN Y CUANTIFICACION DE CAPSAICINOIDES

3.3.1. CROMATOGRAFÍA EN CAPA FINA TLC

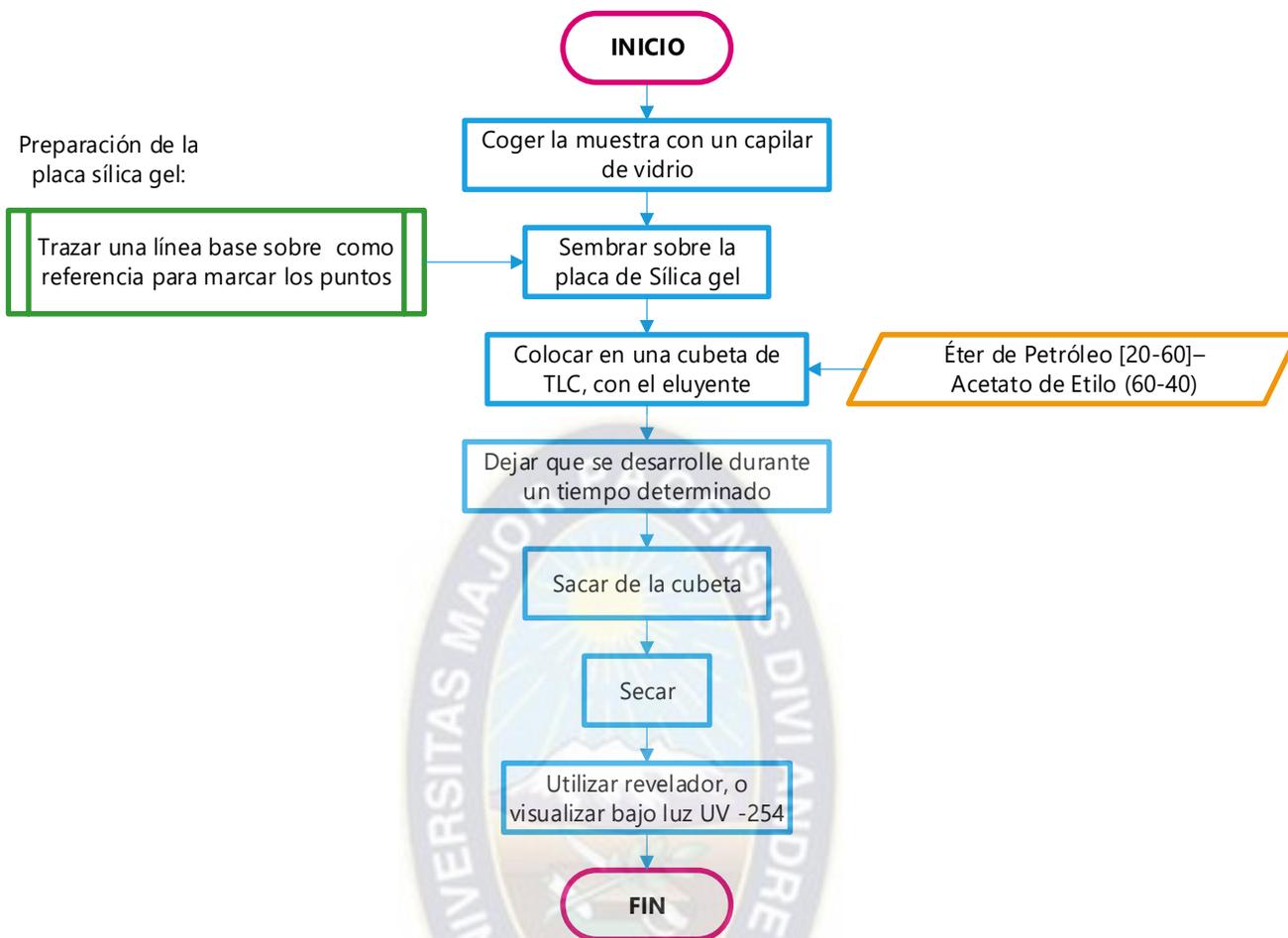
La cromatografía de capa fina permite identificar compuestos fenólicos como los capsaicinoides de manera fácil mediante el uso de una placa de sílica gel.

Figura 19. Placas cromatográficas sembradas bajo luz UV



Fuente: *Elaboración Propia*

Figura 20. Procedimiento para la identificación de capsaicinoides por TLC



Fuente: *Elaboración Propia*

3.3.2. ESPECTROFOMETRIA UV-VIS

Para la determinación espectrofotométrica se hará uso de un espectrofotómetro (Spectroquant Pharo 300).

Figura 21. Espectrofotómetro Pharo 300



Fuente: *Elaboración Propia*

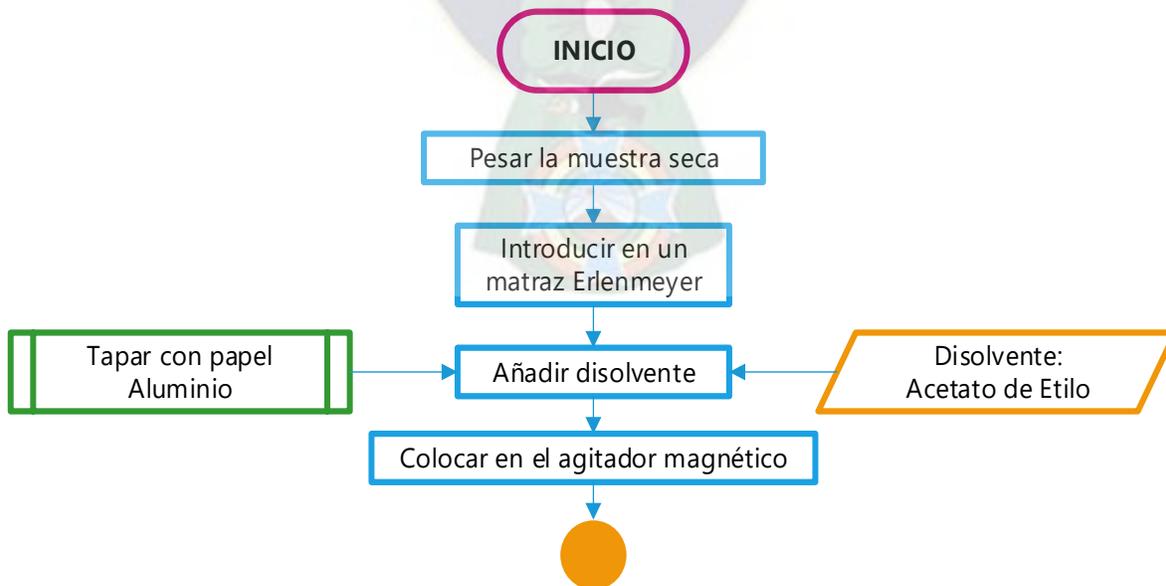
Figura 22: Procedimiento para la lectura en el espectrofotómetro UV-VIS

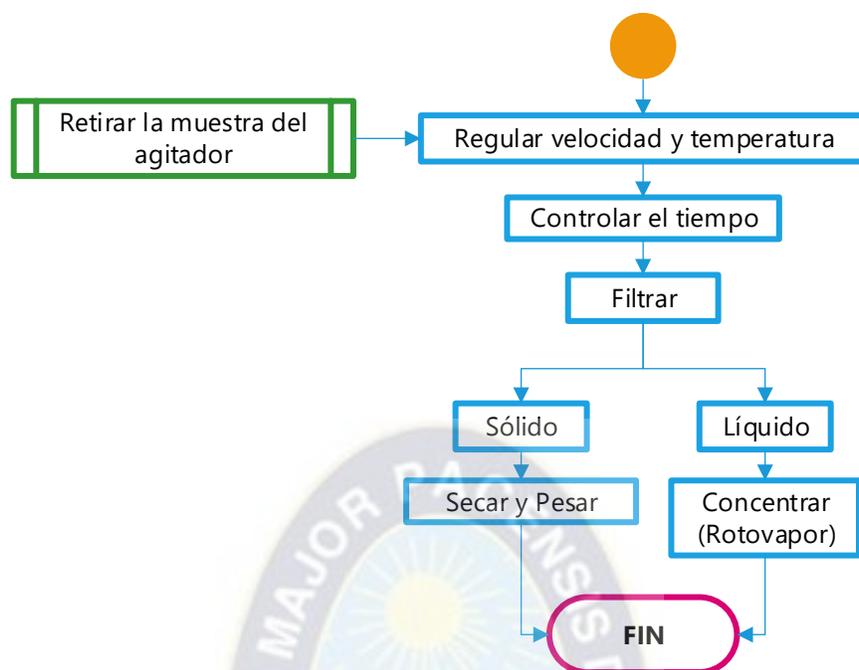


Fuente: *Elaboración Propia*

3.4. PROCEDIMIENTO PARA OBTENCIÓN DE EXTRACTO

Figura 23. Procedimiento para obtención de extracto Acetato de Etilo





Fuente: *Elaboración Propia*

3.5. VARIABLES DE MAYOR INFLUENCIA

Para la determinación e identificación de las variables más influyentes en el proceso de extracción de capsaicinoides se hará uso del Software Design Expert.

Se hará uso del diseño experimental 2K en el trabajo experimental, en donde se analiza k factores cada uno con solo dos niveles suponiendo que la respuesta es aproximadamente lineal, de ser necesario se optará por la adición de puntos centrales en el diseño 2K, que permitan un mejor ajuste en la curvatura reduciendo así el tamaño y la complejidad del diseño, y al mismo tiempo obtener cierta protección contra la curvatura.

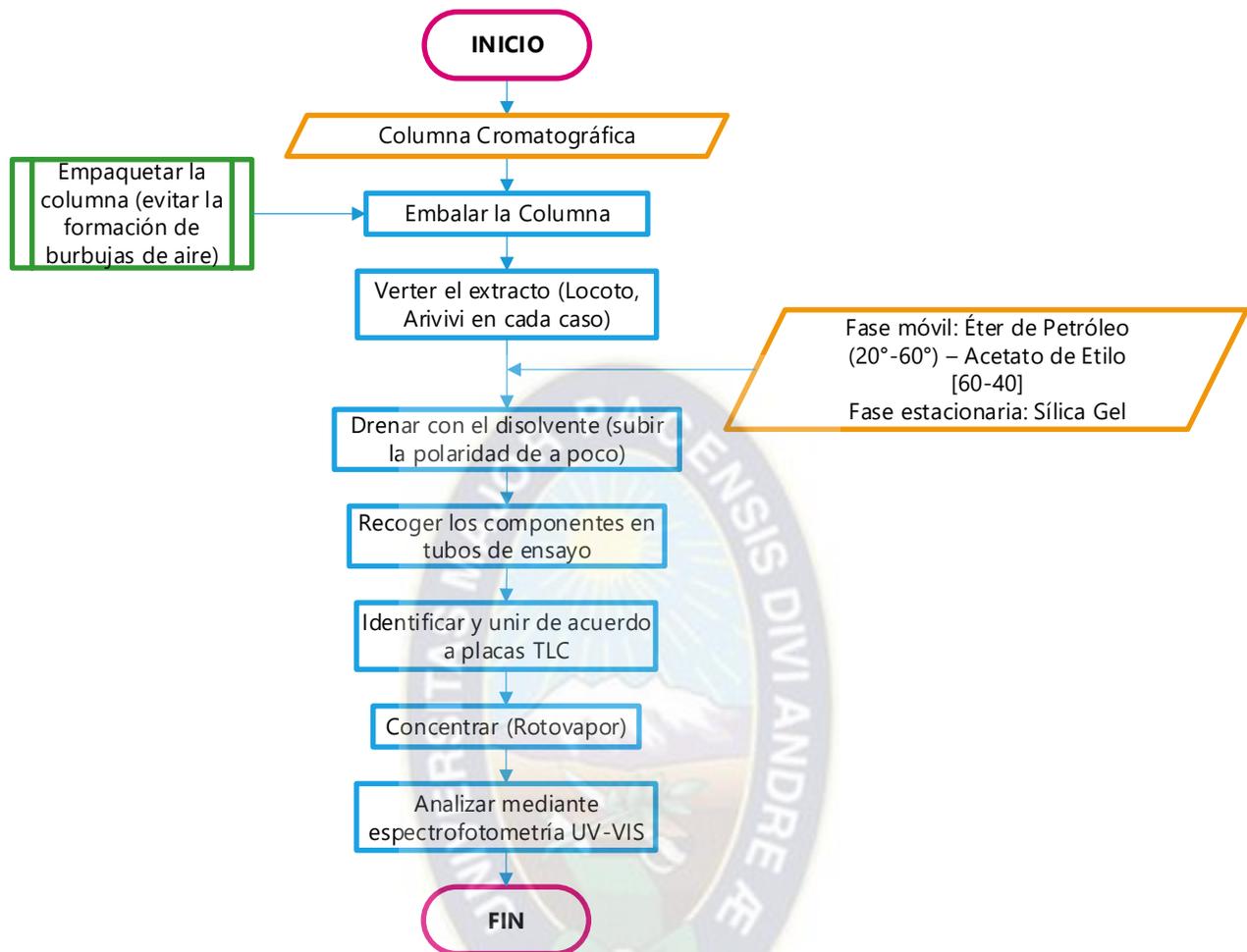
3.6. OBTENCIÓN DE CAPSAICINOIDES

En este proceso se estudian dos metodologías, la primera por la cual se extrae la muestra usando una columna cromatográfica y la segunda basificando el extracto para luego realizar una extracción líquido-líquido de 2 fases.

3.6.1. CROMATOGRAFÍA DE COLUMNA DEL EXTRACTO

Para este método se usará una columna de sílica gel, para determinar la fase líquida correcta se usan placas TLC y observa el solvente que obtenga la mejor separación.

Figura 24: Procedimiento para cromatografía en Columna Sílica Gel

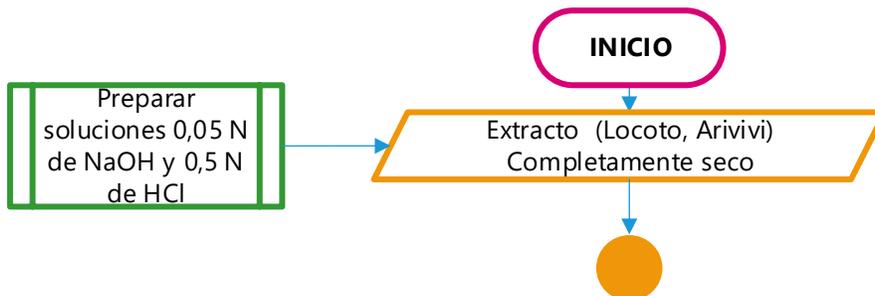


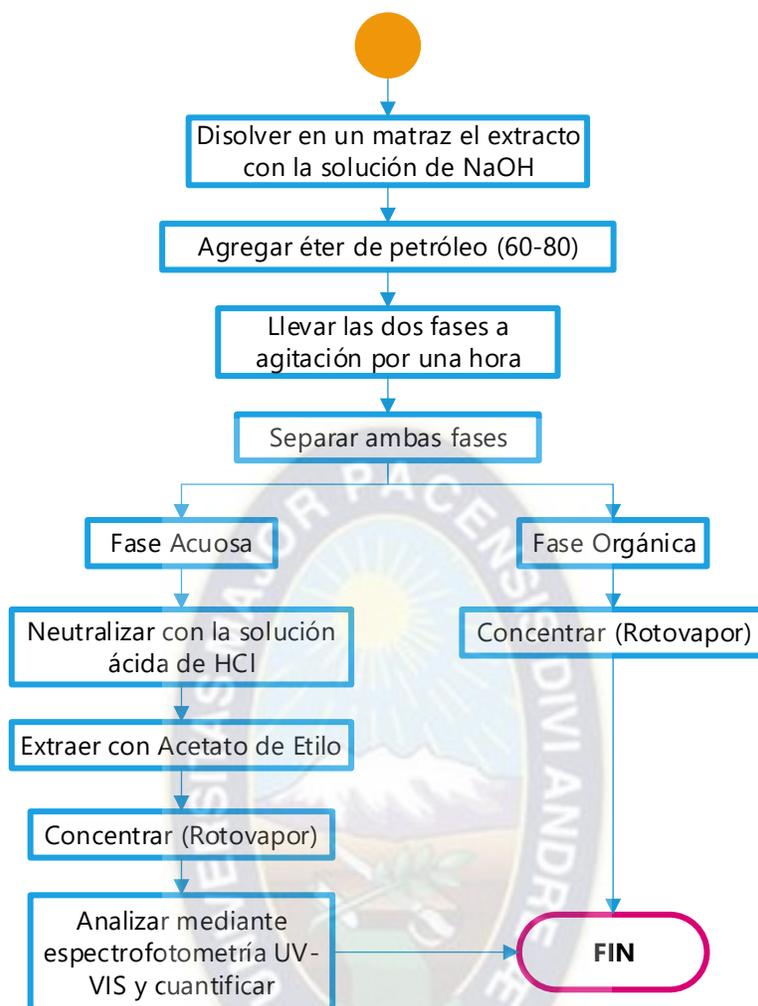
Fuente: *Elaboración Propia*

3.6.2. EXTRACCIÓN LÍQUIDO-LÍQUIDO DEL EXTRACTO

Para este método se utilizan soluciones de NaOH y HCl, el proceso se describe a continuación:

Figura 25: Procedimiento para extracción líquido-líquido





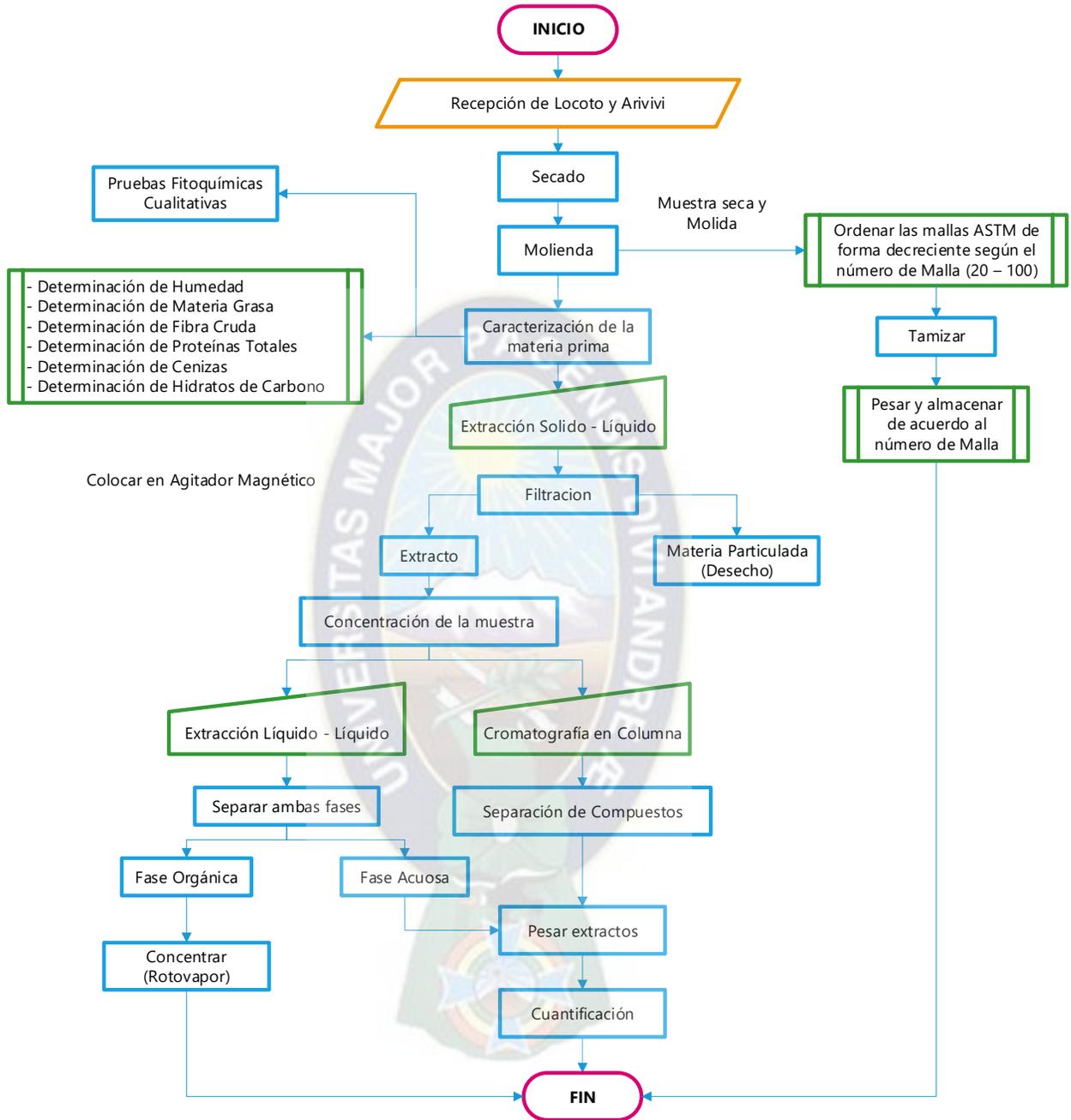
Fuente: *Elaboración Propia*

Lo que se busca es que los capsaicinoides sean iónicos, si el compuesto orgánico se vuelve iónico, se vuelve más soluble en agua que en el disolvente orgánico, ya que la base de una extracción líquido-líquido es la diferencia de solubilidades.

3.7. PROCEDIMIENTO GENERAL

Cada uno de los diagramas anteriores muestra el procedimiento a detalle, a continuación, se muestra el procedimiento en general que se utiliza para la metodología experimental:

Figura 26: Procedimiento Experimental



Fuente: *Elaboración Propia*

Capítulo 4



Cálculos y Resultados

CAPITULO 4

4. RESULTADOS DE LA METODOLOGIA EXPERIMENTAL

Se estudia las variables más influyentes en el proceso de extracción y los valores máximos y mínimos, mediante gráficas en Excel, cada una de estas variables se analiza través del diseño experimental, introduciendo los datos obtenidos en el laboratorio al programa Design Expert, para el análisis de varianza y superficie de respuesta.

4.1. CARACTERISTICAS FISICAS

4.1.1. ARIVIVI

Se mencionan características Agronómicas y Físicas:

Tabla 10. Características Agronómicas

Habito de Crecimiento	Compacto
Pubescencia del Tallo	Intermedio
Color del Tallo	Verdes con estrías Púrpuras
Pubescencia de la Hoja	Intermedia
Índice, ancho/largo de la hoja	0,43 – 0,66
Color de la corola	Blanco
Manchas de la Corola	Verde Amarillento, Amarillo
Color de anteras	Púrpura

Fuente: Catalogo de Ajíes

Tabla 11. Características Físicas

Color del Fruto	Rojo Claro
Forma del Fruto	Casi Redonda, elongada
Ancho del Fruto (cm)	0,50 – 0,61
Largo del fruto (cm)	0,75 – 1,28
Índice, ancho/largo del fruto	0,57 – 0,66
Peso del fruto (g)	0,39 – 0,47
Tamaño del Fruto	Muy Pequeño
Número de semillas por fruto	13 - 18

Fuente: Catalogo de Ajíes

4.1.2. LOCOTO

Se mencionan características Agronómicas y Físicas:

Tabla 12. Características Agronómicas

Habito de Crecimiento	Compacto
Pubescencia del Tallo	Denso
Color del Tallo	Púrpura
Pubescencia de la Hoja	Intermedia
Índice, ancho/largo de la hoja	0,55 – 0,60
Color de la corola	Amarillo Verdoso
Manchas de la Corola	Sin Manchas
Color de anteras	Azul

Fuente: Catálogo de ajíes (Matthias Jagger, 2014)

Tabla 13. Características Físicas

Color del Fruto	Amarillo Anaranjado, Rojo Claro, Verde
Forma del Fruto	Bloque, campanulada
Ancho del Fruto (cm)	1,97 – 2,03
Largo del fruto (cm)	2,30 – 3,77
Índice, ancho/largo del fruto	0,80 – 0,92
Peso del fruto (g)	3,05 – 4,43
Tamaño del Fruto	Pequeño
Número de semillas por fruto	39 – 45
Rendimiento fruto (g/planta)	175 – 250

Fuente: Catálogo de ajíes (Matthias Jagger, 2014)

4.2. CARACTERÍSTICAS FISICOQUIMICAS

Los resultados de los ensayos fisicoquímicos cuantitativos, se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 14. Valores en ensayos físico-químicos cuantitativos de control

Especie	Cenizas (%)	Humedad (%)	Materia Grasa (%)	Fibra Cruda (%)	Proteínas Totales (%)	Hidratos de Carbono (%)
Locoto	0,54	90,76	0,80	2,60	1,60	3,70
Arivivi	0,67	87,73	0,50	2,43	2,07	6,60

Fuente: *Elaboración Propia*

4.3. PRUEBAS FITOQUÍMICAS

Se determinó en los extractos de locoto y Arivivi diferentes cantidades de alcaloides, etc., difiriendo los resultados con el tipo de solvente usado, a continuación, se muestran los resultados obtenidos:

Los detalles para el procedimiento respecto a los ensayos fitoquímicos se encuentran en el Anexo B.

Tabla 15. Resultados de Pruebas Fitoquímicas de la especie Capsicum

Metabolito	Ensayo	Extracto	Locoto	Arivivi
Alcaloides	Mayer	Acetato de Etilo	++	++
	Dragendorff	Etanólico	+++	+++
Azúcares	Fehling	Acetato de Etilo	-	-
		Etanólico	+	++
Saponinas	Test de espuma	Acetato de Etilo	-	-
Triterpenos	Lieberman Bouchard	Acetato de Etilo	+	+
		Etanólico	-	-
Glicósidos Cárdicos	Kedde	Acetato de Etilo	-	-
	Bajlet	Etanólico	-	+
	Keller- Killiani	Acetato de etilo	-	-
Fenólicos	Cloruro Férrico	Acetato de etilo	-	-
		Etanólico	+	+

Taninos	Acetato de Plomo	Acetato de Etilo	-	-
	Gelatina	Etanólico	+	+
Flavonoides	Shinoda	Acetato de Etilo	+	+
		Etanólico	-	-
Proteínas	Ninhidrina	Acetato de etilo	-	-
Cumarinas	Fluorescencia	Acetato de etilo	+	+
Aceites no volátiles	Test de Punto	Acetato de etilo	-	-
		Etanólico	+++	+++

- (+) Respuesta Positiva de poca Cantidad para este metabolito en el extracto.
 (++) Respuesta Positiva de Mediana Cantidad para este metabolito en el extracto.
 (+++) Respuesta Positiva de Mayor Cantidad para este Metabolito en el extracto.
 (-) Respuesta Negativa para este Metabolito en el Extracto.

Fuente: *Elaboración Propia*

4.4. DETERMINACION DE LAS CONDICIONES DE OPERACIÓN: EXTRACCION SOLIDO LIQUIDO

4.4.1. SELECCIÓN DE SOLVENTES

Inicialmente se trabaja con 3 solventes diferentes: Etanol, Acetato de etilo y éter de Petróleo, las condiciones de operación usadas son:

Tabla 16: Valores de las variables en las pruebas preliminares para selección de solvente

Variable	Valores Constantes
Temperatura	18°C
Relación Soluta – Solvente	1:10 (1g de soluto 10 ml de solvente)
Tiempo de Maceración	24 Hrs.

Fuente: *Elaboración Propia*

En el anexo C se detalla el procedimiento para tratar los datos obtenidos del usando la curva de calibración. Se trabaja a temperatura ambiente, con la relación 1:10 y un tiempo de maceración de 24 Hrs por recomendación de Enkelejda,(2013).



Gráfica 2: Rendimiento de Cap. en cada solvente en Locoto

Fuente: Elaboración Propia

Interpretación:

Como se observa en la gráfica 2, se puede observar que el acetato de etilo obtiene un mejor rendimiento en el caso del locoto, con un 13,9% en capsaicinoides, aunque el etanol se acerca, este arrastra otros compuestos y el acetato de etilo es más selectivo con los capsaicinoides. En el Anexo D se observan las placas TLC.



Gráfica 3: Rendimiento de Cap. en cada solvente en Arivivi

Fuente: Elaboración Propia

Interpretación:

Como se observa en la gráfica 3, se puede observar que el acetato de etilo obtiene rendimiento de 22.97% en capsaicinoides, si bien se tiene menos cantidad de extracto comparada con el etanol, este solvente logra obtener un extracto concentrado en capsaicinoides, por lo cual se hacen las extracciones usando acetato de etilo.

4.4.2. TAMAÑO DE PARTÍCULA

Las condiciones de operación en las pruebas preliminares para la determinación del tamaño de partícula se muestran en la tabla 17, se usa acetato de etilo como disolvente y se trabaja a temperatura ambiente y tiempo de maceración de 24 Hrs. (Enkelejda, 2013).

Tabla 17: Valores de las variables en las pruebas preliminares para determinación del tamaño de partícula

Variable	Valores Constantes
Temperatura	18°C
Relación Soluta – Solvente	1:10 (1g de soluto 10 ml de solvente)
Tiempo de Maceración	24 Hrs

Fuente: *Elaboración Propia*

En los gráficos 4 y 5 se observa el comportamiento del rendimiento respecto al extracto obtenidos con cada uno de los tamices.



Gráfico 4: Tamaño de partícula respecto al rendimiento en Locoto

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En la gráfica 4, se observa que cuanto más pequeño es el tamaño de partícula, mayor es la superficie interfacial, incrementando el rendimiento desde la malla ASTM N° 20 (0.841 mm) hasta una malla ASTM N° 70, sin embargo, se debe notar que los tamaños excesivamente pequeños hacen que las partículas se apelmacen dificultando la extracción apreciándose una disminución en el Rendimiento de en la malla ASTM N° 100 (0.158 mm).

Figura 27. Muestra tamizada (Arivivi)



Fuente: *Elaboración Propia*

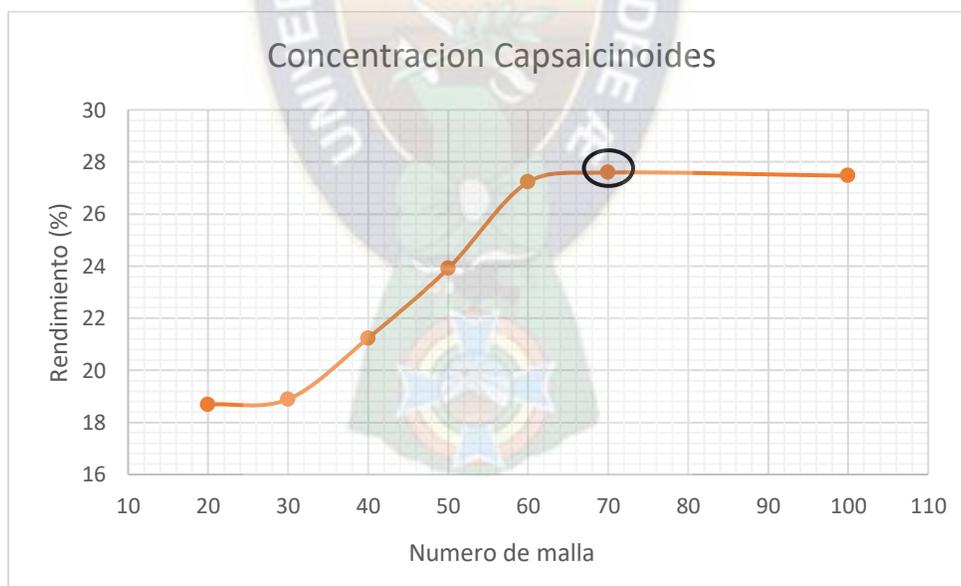


Gráfico 5: Tamaño de partícula respecto al rendimiento en Arivivi

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Se observa que a menor tamaño de partícula se obtiene un mayor rendimiento de capsaicinoides, además se pueden tener problemas con la filtración usando partículas

muy pequeñas, como se observa en la malla ASTM N°100 (0,158 mm), como el mejor rendimiento se obtiene con el tamaño de partícula de malla 70 (0,210mm), se usa este como constante a lo largo del proceso.

4.4.3. TIEMPO DE EXTRACCION

Las condiciones de extracción en las pruebas preliminares para la determinación de tiempo se muestran en la tabla 18, las mismas condiciones se usan tanto en Locoto como en Arivivi

Tabla 18: Valores de las variables en las pruebas preliminares para tiempo de extracción

Variable	Valores Constantes
Temperatura	18°C
Relación Soluta – Solvente	1:10 (1g de soluto en 10 ml de solvente)
Agitación	150 RPM
Tamaño de partícula	0,210 mm ASTM

Fuente: *Elaboración Propia*

A esta velocidad se tiene a todos los sólidos en suspensión en el disolvente, que es lo requerido en una extracción sólido líquido. En los gráficos 6 y 7 se observa el comportamiento del rendimiento respecto al extracto obtenidos en diferentes tiempos.

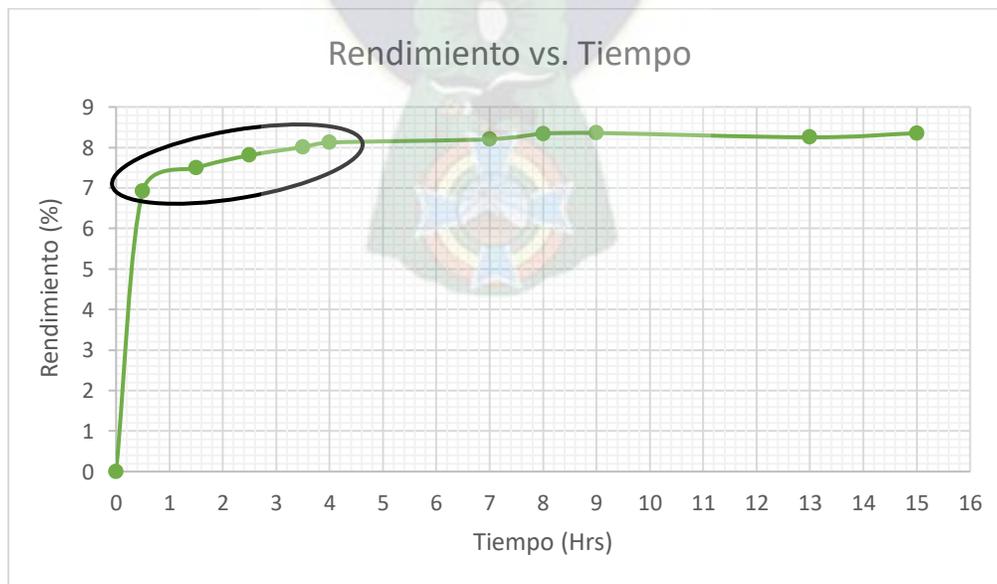


Gráfico 6: Tiempo respecto al rendimiento en Locoto

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 6 se observa que el rendimiento incrementa conforme transcurre el tiempo en un lapso de 4 [Hrs], para tiempos mayores a este el Rendimiento tiende a ser constante, por este motivo esta es una variable a tomar en cuenta para el diseño experimental.



Gráfico 7: Tiempo respecto al rendimiento en Arivivi

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 7 se observa que existe una variación al transcurrir el tiempo en un lapso de 4 [Hrs], para tiempos superiores a este el rendimiento tiene tendencia constante, por lo cual se tomará en cuenta como una variable en el diseño experimental.

En ambos casos, locoto y arivivi, se logra un rendimiento constante en 4 horas, sin embargo, en el caso del locoto arriba de los 90 minutos, el rendimiento aumenta en 0,6%, después de 90 min. Del mismo modo en el caso del Arivivi arriba de las 3 horas el rendimiento incrementa en 0,9%, después de 3 horas. En ambos casos el tiempo es prolongado para incrementar el rendimiento en 0,6 y 0,9, respectivamente, por esta razón, se toma para Locoto 90 min y para arivivi 3 horas como tiempo de extracción

4.4.4. VELOCIDAD DE AGITACION

Las condiciones de extracción en las pruebas preliminares para la determinación de velocidad de agitación se muestran en la tabla 19:

Tabla 19: Valores de las variables en las pruebas preliminares para Velocidad de agitación.

Variable	Valores Constantes
Temperatura	18°C
Relación Solute – Solvente	1:10 (1g de soluto 10 ml de solvente)
Tamaño de partícula	0,210 mm, malla 70
Tiempo	90 minutos (locoto), 3 horas (Arivivi)

Fuente: *Elaboración Propia*

En los gráficos 8 y 9 se muestra el comportamiento del rendimiento respecto al extracto obtenido, a diferentes velocidades, tanto el Locoto como en Arivivi.



Gráfico 8: Velocidad respecto al rendimiento en Locoto

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 8 se observa que la velocidad de agitación favorece la transferencia de materia en la interfase sólido-líquido, incrementando el rendimiento de capsaicinoides hasta los 200 [RPM], considerándose como un punto máximo, observándose una

disminución en velocidades superiores, esto debido a la formación de vórtices que introduce aire en el mezclado.

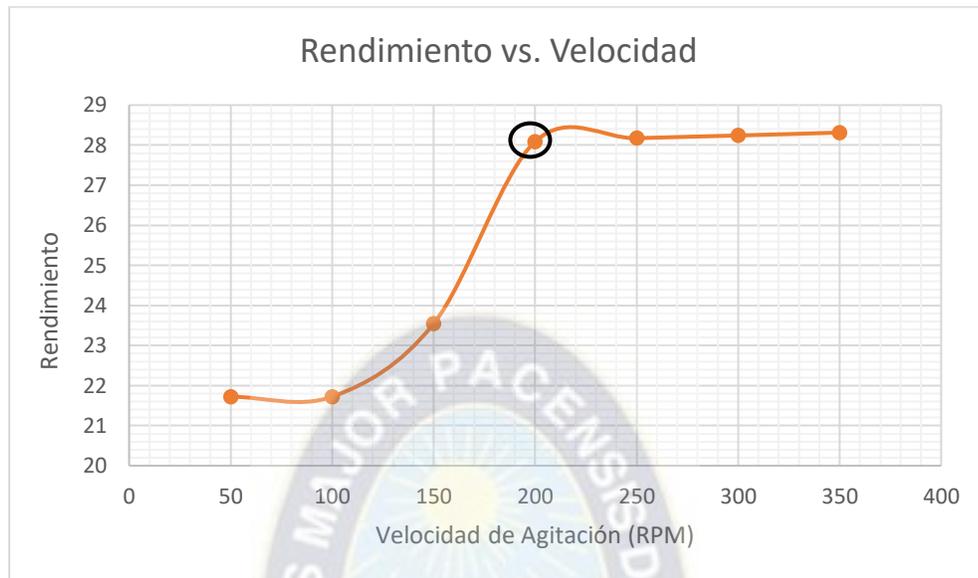


Gráfico 9: Velocidad respecto al rendimiento en Arivivi

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 9 se observa que a 200 RPM se mantiene un rendimiento constante, por lo cual la velocidad será tomada como una constante desde ese punto. Se debe tener en cuenta que altas revoluciones hacen que el fluido gire como un ciclón lo cual, algunas veces reduce el contacto o el tiempo de residencia de los elementos y no da la posibilidad de que se produzca la reacción, por lo que se necesita un movimiento turbulento, no un movimiento de ciclón del líquido. (Atiemo-Obeng, 2004)

Figura 28. Muestras concentradas a) Arivivi, b) Locoto



Fuente: *Elaboración Propia*

4.4.5. RELACION SOLUTO SOLVENTE

Las condiciones de extracción en las pruebas preliminares para la determinación de relación soluto-solvente se muestran en la tabla 20:

Tabla 20: Valores de las variables en las pruebas preliminares para relación soluto solvente.

Variable	Valores Constantes
Temperatura	18°C
Velocidad	200 RPM
Tamaño de partícula	0,210 mm, malla 70
Tiempo	90 min (locoto), 3 horas (Arivivi)

Fuente: *Elaboración Propia*

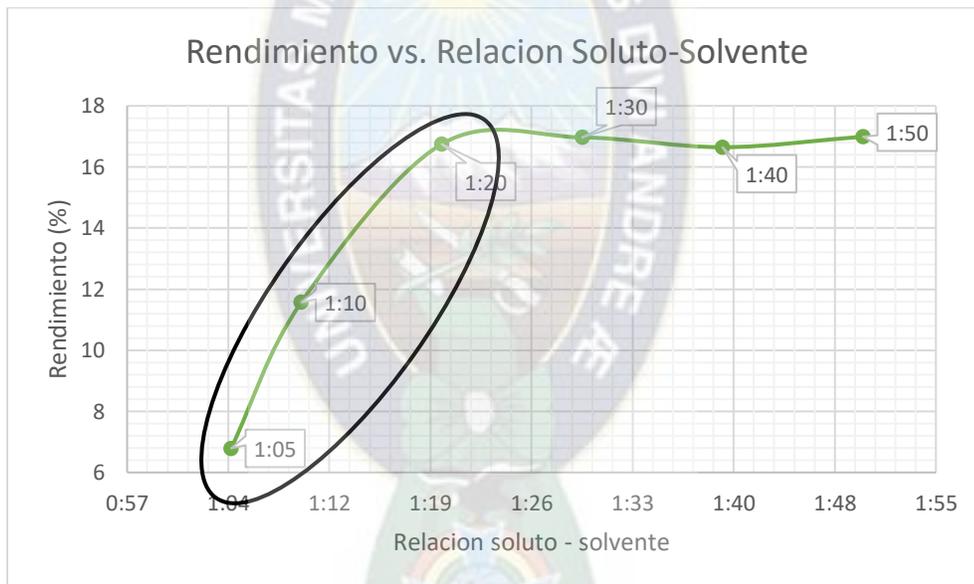


Gráfico 10: Relación soluto solvente respecto al rendimiento en Locoto

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Se observa en la gráfica 10 que para una relación soluto-solvente de 1: 20, existe un incremento en el rendimiento de capsaicinoides, pero para relaciones mayores el rendimiento tiende a ser constante, por esta razón se tomará en cuenta en el diseño experimental.

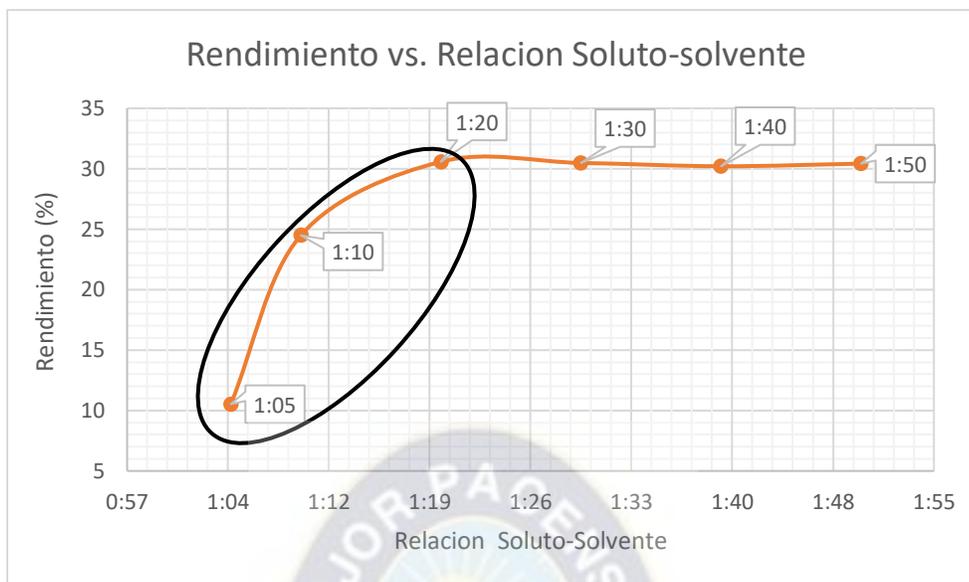


Gráfico 11: Relación soluto-solvente respecto al rendimiento en Arivivi

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En la gráfica 11 se observa que el rendimiento incrementa de manera considerable con una relación 1:20, pero a relaciones superiores a esta el rendimiento tiene una tendencia constante, por lo que esta variable se analizará en el posterior diseño experimental.

4.4.6. TEMPERATURA

Las condiciones de extracción en las pruebas preliminares para la determinación de relación soluto-solvente se muestran en la tabla 21.

Tabla 21: Valores de las variables en las pruebas preliminares para determinación de temperatura.

Variable	Valores Constantes
Relación soluto-solvente	1:20
Velocidad	200 RPM
Tamaño de partícula	0,210 mm, malla 70
Tiempo	90 min (Locoto), 3 horas (Arivivi)

Fuente: *Elaboración Propia*

En los gráficos 12 y 13 se muestra el comportamiento del rendimiento respecto al extracto obtenidos a diferentes temperaturas, tanto en Locoto como en Arivivi.

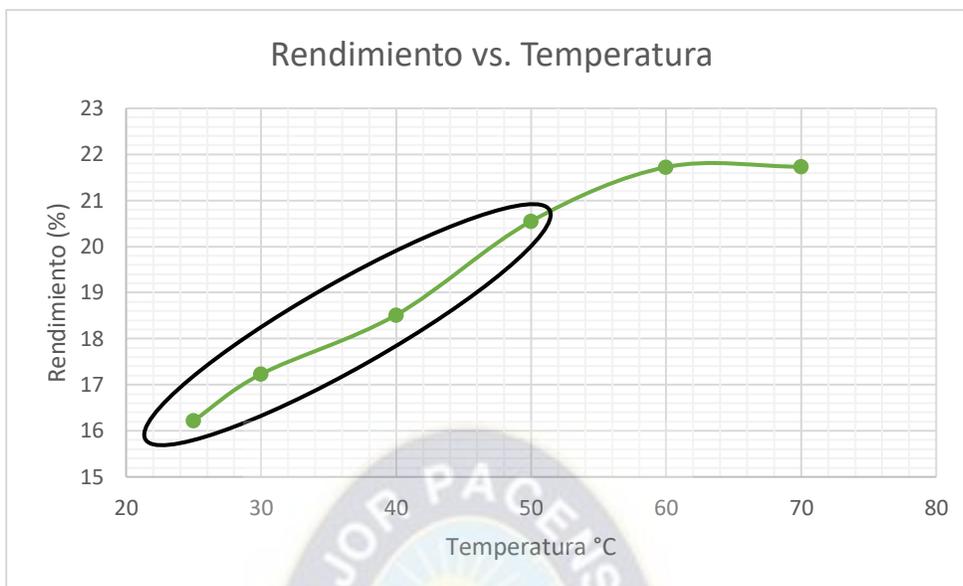


Gráfico 12: Temperatura respecto al rendimiento en Locoto

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 12, se observa que el aumento de la temperatura favorece la solubilidad de las sustancias en el solvente apreciándose el incremento en el rendimiento capsaicinoides entre 25°C y 50°C. se debe considerar que a mayor temperatura el solvente se evapora al ser volátil.

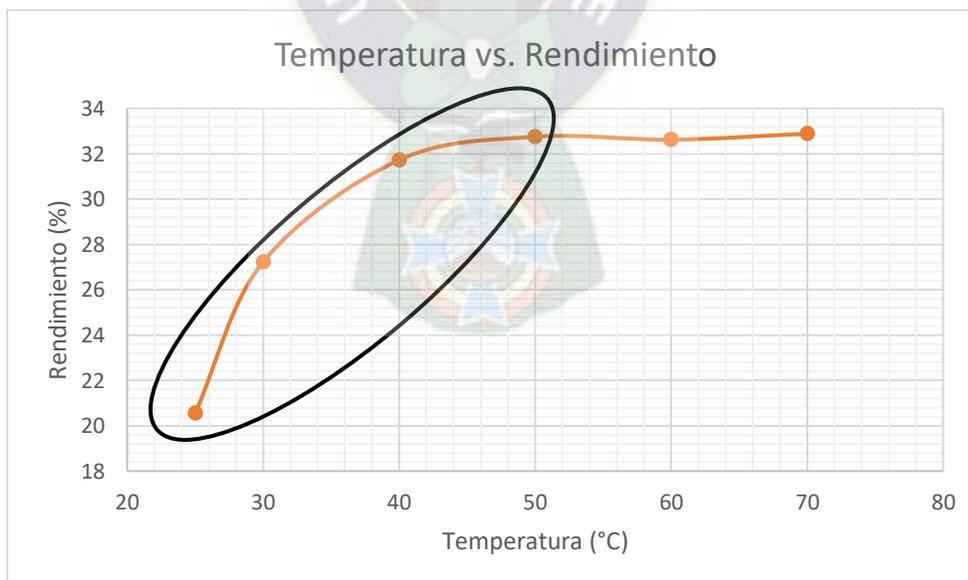


Gráfico 13: Temperatura respecto al rendimiento en Arivivi

Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

En el gráfico 13, se aprecia un incremento en el rendimiento capsaicinoides entre 25°C y 50°C, considerando que a mayor temperatura el solvente se evapora y se compromete la termo-estabilidad de los capsaicinoides.

4.5. VARIABLES PARA EL DISEÑO EXPERIMENTAL

Tabla 22: Variables Independientes y Constantes en el proceso de extracción Para Locoto

VARIABLES INDEPENDIENTES				
Variable	Unidades	Símbolo	Mínimo	Máximo
Temperatura	°C	T	25	50
Relación: Disolvente/Soluto	ml /g	R	5:1	20:1
Tiempo	min	t	30	90
VARIABLES CONSTANTES				
Variable	Unidades	Símbolo	Valor	
Tamaño de Partícula	mm	ϕ	0,212	
Velocidad de Agitación	RPM	V	200	

Fuente: Elaboración Propia

Tabla 23: Variables Independientes y Constantes en el proceso de extracción para Arivivi

VARIABLES INDEPENDIENTES				
Variable	Unidades	Símbolo	Mínimo	Máximo
Temperatura	°C	T	25	50
Relación: Disolvente/Soluto	ml /g	R	5:1	20:1
Tiempo	Hrs.	t	1	3
VARIABLES CONSTANTES				
Variable	Unidades	Símbolo	Valor	
Tamaño de Partícula	mm	ϕ	0,212	
Velocidad de Agitación	RPM	V	200	

Fuente: Elaboración Propia

4.6. DISEÑO EXPERIMENTAL

Los factores influyentes en el diseño experimental son: Temperatura, Tamaño de Partícula y Relación (soluto/solvente) de acuerdo a las pruebas preliminares, por tanto, el diseño experimental factorial es: $2^K = 2^3 = 8$ en la cual tendrá 8 corridas experimentales. Sin embargo, para este tipo de diseño se recomienda 2 repeticiones (Pulido, 2008), lo que generaría un total de 16 corridas.

Tabla 24: Corridas Experimentales Locoto

Número de Corridas	DISEÑO		
	Temperatura (°C)	Tiempo (Min.)	Relación soluto-solvente
1	25	30	1:5
2	50	30	1:5
3	25	90	1:5
4	50	90	1:5
5	25	30	1:20
6	50	30	1:20
7	25	90	1:20
8	50	90	1:20

Fuente: *Elaboración Propia*

Tabla 25: Resultados del Diseño Experimental Locoto

Número de Corridas	DISEÑO			Rendimiento (%)	
	Temperatura (°C)	Tiempo (Min.)	Relación soluto-solvente	Prueba	Réplica
1	25	30	1:5	15.6938	17.7981
2	50	30	1:5	18.9717	20.9143
3	25	90	1:5	20.9952	22.8568
4	50	90	1:5	24.7132	23.7876
5	25	30	1:20	26.7419	28.0369
6	50	30	1:20	24.7589	26.1296
7	25	90	1:20	28.6439	25.3659
8	50	90	1:20	27.7142	26.2615

Fuente: *Elaboración Propia*

A continuación, se muestran los resultados obtenidos para el Arivivi:

Tabla 26: Corridos Experimentales Arivivi

Número de Corridos	DISEÑO		
	Temperatura (°C)	Tiempo (Hrs.)	Relación soluto-solvente
1	25	1	1:5
2	50	1	1:5
3	25	3	1:5
4	50	3	1:5
5	25	1	1:20
6	50	1	1:20
7	25	3	1:20
8	50	3	1:20

Fuente: Elaboración Propia

Tabla 27: Resultados del Diseño Experimental Arivivi

Número de Corridos	DISEÑO			Rendimiento (%)	
	Temperatura (°C)	Tiempo (Hrs.)	Relación soluto-solvente	Prueba	Réplica
1	25	1	1:5	27.8428	26.5781
2	50	1	1:5	28.9810	28.0198
3	25	1	1:5	28.3992	29.7398
4	50	1	1:5	28.3252	30.3442
5	25	3	1:20	28.3486	29.5293
6	50	3	1:20	27.4183	28.2339
7	25	3	1:20	38.1698	35.9169
8	50	3	1:20	40.0342	43.6512

Fuente: Elaboración Propia

4.7. DISEÑO DESIGN EXPERT

El Programa Design Expert 7.0 proporciona una tabla de datos en función a los parámetros introducidos, esta tabla permite evaluar los efectos de los factores, el

diagrama de Pareto, la gráfica media normal, las interacciones, los resultados del ANOVA y la superficie de respuesta.

4.7.1. DISEÑO EN DESIGN EXPERT DEL LOCOTO

ANOVA for selected factorial model

Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]

Source	Sum of Squares	df	Mean Square
Model	206.38	5	41.28
A-Temperatura	3.17	1	3.17
B-Tiemp	28.34	1	28.34
C-Relacion soluto-solvente	156.58	1	156.58
AC	14.00	1	14.00
BC	17.34	1	17.34
Residual	16.71	10	1.67
Lack of Fit	2.24	2	1.12
Pure Error	14.47	8	1.81
Cor Total	223.09	15	

Std. Dev.	1.29	R-Squared	0.9251
Mean	23.71	Adj R-Squared	0.8877
C.V. %	5.45	Pred R-Squared	0.8083
PRESS	42.77	Adeq Precision	13.294

Factor	Coefficient		Standard Error	95% CI		VIF
	Estimate	df		Low	High	
Intercept	23.71	1	0.32	22.99	24.43	
A-Temperatura	0.44	1	0.32	-0.28	1.16	1.00
B-Tiemp	1.33	1	0.32	0.61	2.05	1.00
C-Relacion solut	3.00	1	0.32	2.28	3.72	1.00
AC	-0.94	1	0.32	-1.66	-0.22	1.00
BC	-1.04	1	0.32	-1.76	-0.32	1.00

Final Equation in Terms of Coded Factors:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de capsaicinoides} = & \\ & +23.71 \\ & +0.44 * A \\ & +1.33 * B \\ & +3.00 * C \\ & -0.94 * A * C \\ & -1.04 * B * C \end{aligned}$$

Final Equation in Terms of Actual Factors:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de capsaicinoides} = & \\ & +6.57580 \\ & +0.16032 * \text{Temperatura} \\ & +0.10220 * \text{Tiemp} \\ & +1.05114 * \text{Relacion soluto-solvente} \\ & -9.97820\text{E-}003 * \text{Temperatura} * \text{Relacion soluto-solvente} \\ & -4.62686\text{E-}003 * \text{Tiemp} * \text{Relacion soluto-solvente} \end{aligned}$$

4.7.1.1. ANALISIS DEL EFECTO DE LOS FACTORES

El efecto de los factores respecto a la variable de respuesta se muestra a continuación:

Tabla 28: Efecto de los factores (Locoto)

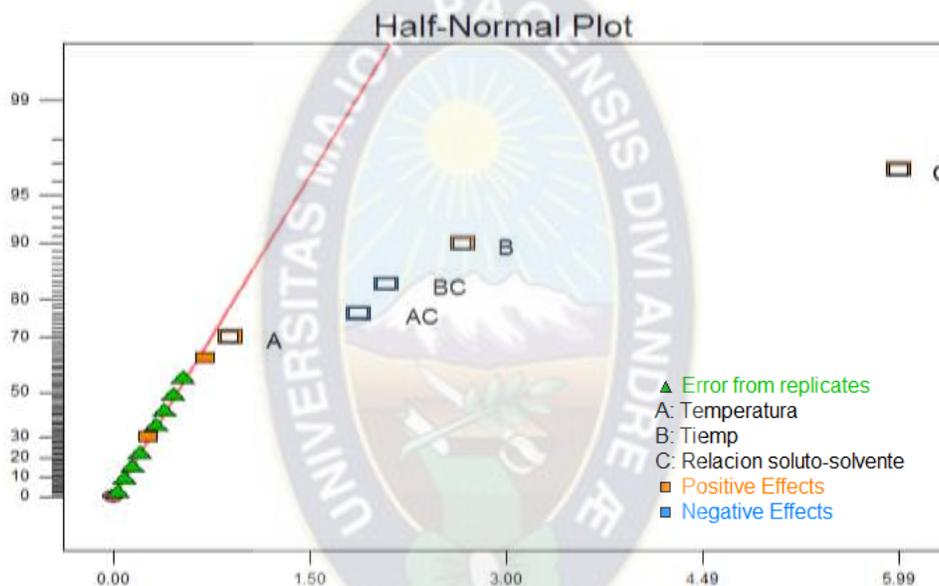
Factor	Estimación del efecto	Suma de cuadrados	Contribución Porcentual
A: Temperatura	0,53	3,17	1,34
B: Tiempo	2,66	28,34	12,00
C: Relación soluto-solvente	3,75	156,58	64,34
AB	0,16	0,28	0,12
AC	-1,12	14,00	5,93
BC	-1,25	17,34	7,34
ABC	0,42	1,96	0,83

Fuente: Elaboración Propia en el programa Design Expert

Interpretación:

En el ANOVA del **Locoto**, los efectos A (Temperatura), B (Tiempo), C (Relación disolvente-soluto) son positivos, lo que indica que al aumentar la temperatura, Relación Disolvente/Soluto y el tiempo desde un nivel bajo hasta un nivel alto incrementa el rendimiento, siendo los factores más significativos en el proceso de extracción de capsaicinoides el Tiempo (B=12.7) relación soluto-disolvente (C=64.34). Esto se puede observar tanto en el diagrama de Pareto como en la gráfica de media normal.

4.7.1.2. ANALISIS DE LA GRAFICA MEDIA NORMAL



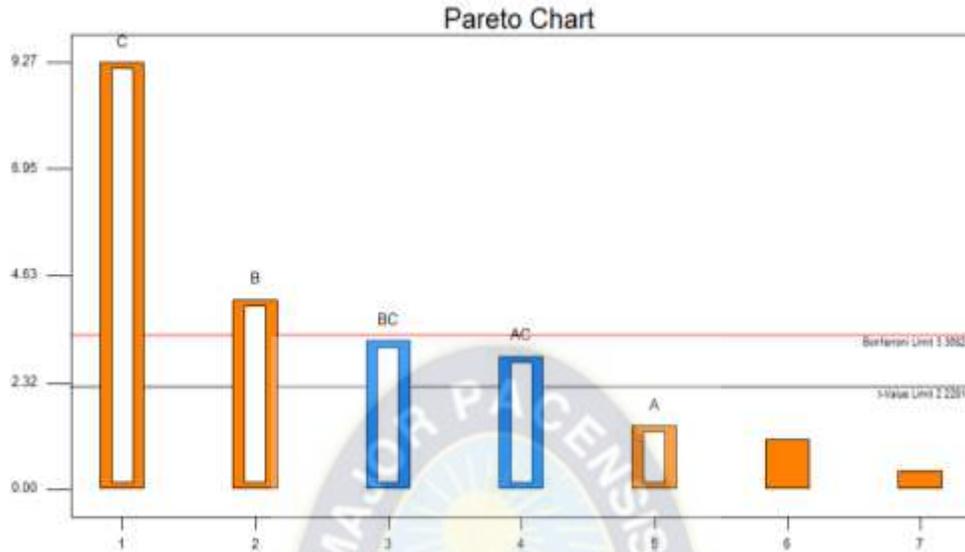
Gráfica 14: Gráfica de media Normal (Locoto)

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

La grafica media normal permite identificar el comportamiento de los efectos en el proceso. Los efectos más significativos tienden a ir hacia la derecha y los menos significativos tienden a ir hacia la izquierda. Se observa que los efectos, B, C y las interacciones BC y AC tienden hacia la derecha siendo los más influyentes en el proceso, en cambio la interacción ABC, AB y el efecto A tienden hacia la izquierda siendo su influencia mínima en el proceso de extracción.

4.7.1.3. ANALISIS DEL DIAGRAMA DE PARETO



Gráfica 15: Diagrama de Pareto (Locoto)

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

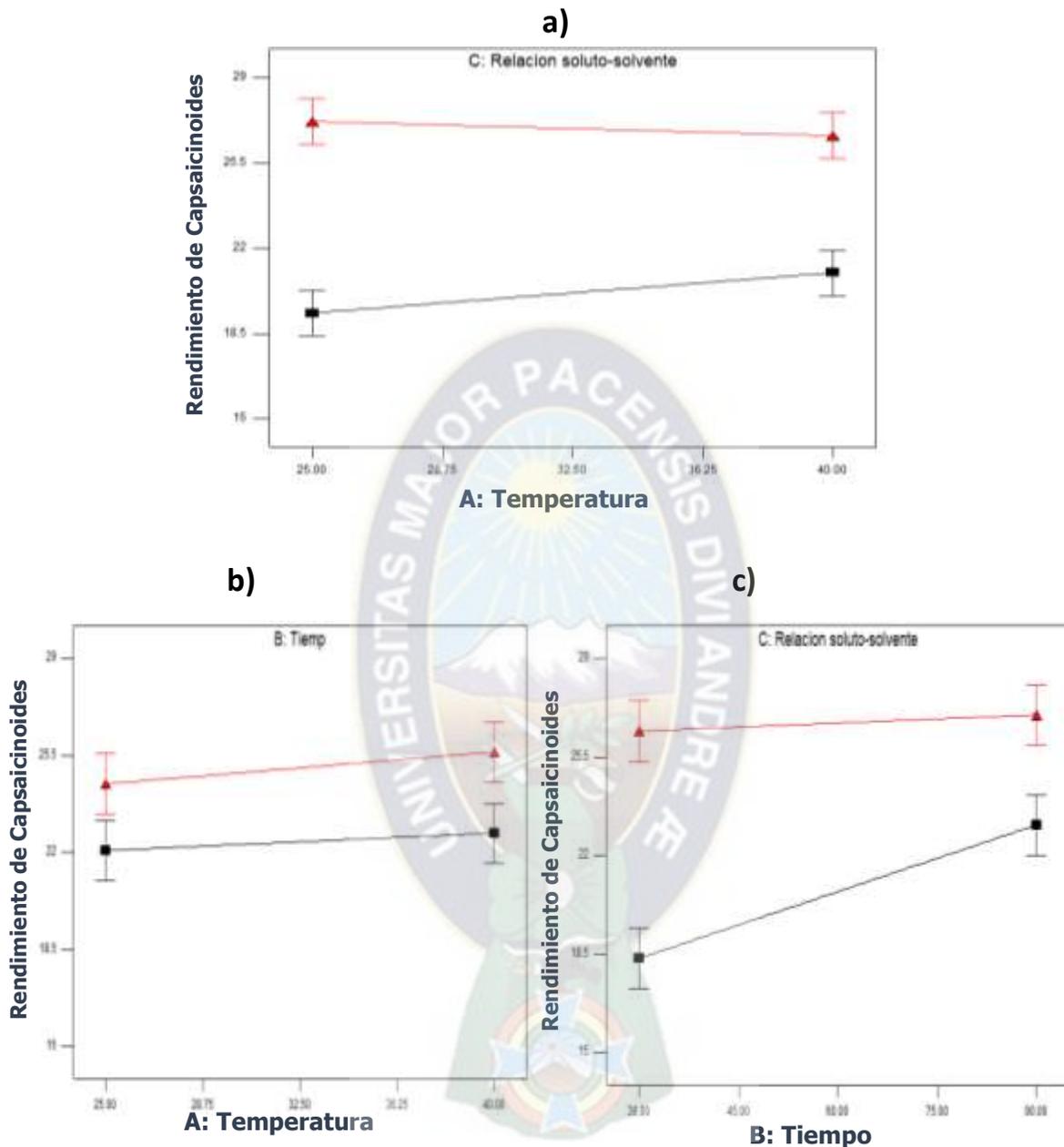
El Diagrama de Pareto representa la influencia de los factores y las interacciones en el proceso de extracción del Licopeno. En la gráfica 15 se observa que los efectos de color naranja son directamente proporcionales a la variable de respuesta (Rendimiento de Cap.), en cambio los efectos de color celeste son inversamente proporcionales a la variable de respuesta. Los factores más influyentes según el grafico son C, BC, B, AC en tanto que las interacciones ABC, AB y el efecto A no tienen mucho efecto en el proceso de extracción.

Figura 29. Muestra de Locoto concentrándose en Rotavapor



Fuente: *Elaboración Propia*

4.7.1.4. ANALISIS DE LAS INTERACCIONES



Gráfica 16: a) Interacción AC, b) Interacción AB, c) Interacción BC

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

Se observa que la interacción A (Temperatura) y C (Relación: Disolvente/Soluto) interactúan de forma que para una relación soluto-solvente mínima, al aumentar la temperatura, se incrementa el rendimiento. Mientras que la interacción B (Tiempo) y C (Relación Disolvente/Soluto), interactúan de manera que al incrementar el tiempo para

una relación soluto-solvente mínima el rendimiento aumenta. Así mismo se observa en la interacción A (Temperatura) y B (Tiempo) rectas paralelas, lo cual indica que esta interacción no influye de manera significativa en el proceso de extracción de capsaicinoides.

4.7.2. DISEÑO EN DESIGN EXPERT DEL ARIVIVI

ANOVA for selected factorial model

Analysis of variance table [Partial sum of squares - Type III]

Source	Sum of Squares	df	Mean Square
Model	390.25	7	55.75
A-Temperatura	6.87	1	6.87
B-Tiemp	153.94	1	153.94
C-Relacion soluto-solvente	115.95	1	115.95
AB	5.97	1	5.97
AC	1.14	1	1.14
BC	94.36	1	94.36
ABC	12.03	1	12.03
Pure Error	14.31	8	1.79
Cor Total	404.56	15	

Std. Dev.	1.34	R-Squared	0.9646
Mean	31.22	Adj R-Squared	0.9337
C.V. %	4.28	Pred R-Squared	0.8585
PRESS	57.23	Adeq Precision	15.474

Factor	Coefficient		Standard Error	95% CI		VIF
	Estimate	df		Low	High	
Intercept	31.22	1	0.33	30.45	31.99	
A-Temperatura	0.66	1	0.33	-0.12	1.43	1.00
B-Tiemp	3.10	1	0.33	2.33	3.87	1.00
C-Relacion soluto-solvente	2.69	1	0.33	1.92	3.46	1.00
AB	0.61	1	0.33	-0.16	1.38	1.00
AC	0.27	1	0.33	-0.50	1.04	1.00
BC	2.43	1	0.33	1.66	3.20	1.00
ABC	0.87	1	0.33	0.096	1.64	1.00

Final Equation in Terms of Coded Factors:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de Capsaicinoides} = & \\ & +31.22 \\ & +0.66 * A \\ & +3.10 * B \\ & +2.69 * C \\ & +0.61 * A * B \\ & +0.27 * A * C \\ & +2.43 * B * C \\ & +0.87 * A * B * C \end{aligned}$$

Final Equation in Terms of Actual Factors:

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de Capsaicinoides} = & \\ & +23.50529 \\ & +0.12813 * \text{Temperatura} \\ & +1.03811 * \text{Tiemp} \\ & +0.29079 * \text{Relacion soluto-solvente} \\ & -0.044494 * \text{Temperatura} * \text{Tiemp} \\ & -0.012574 * \text{Temperatura} * \text{Relacion soluto-solvente} \\ & -0.015369 * \text{Tiemp} * \text{Relacion soluto-solvente} \\ & +6.16618\text{E-}003 * \text{Temperatura} * \text{Tiemp} * \text{Relacion soluto-solvente} \end{aligned}$$

4.7.2.1. ANÁLISIS DEL EFECTO DE LOS FACTORES

Los efectos de los factores respecto a la variable de respuesta se muestran a continuación tanto para locoto como para Arivivi:

Tabla 29: Análisis del efecto de los factores (Arivivi)

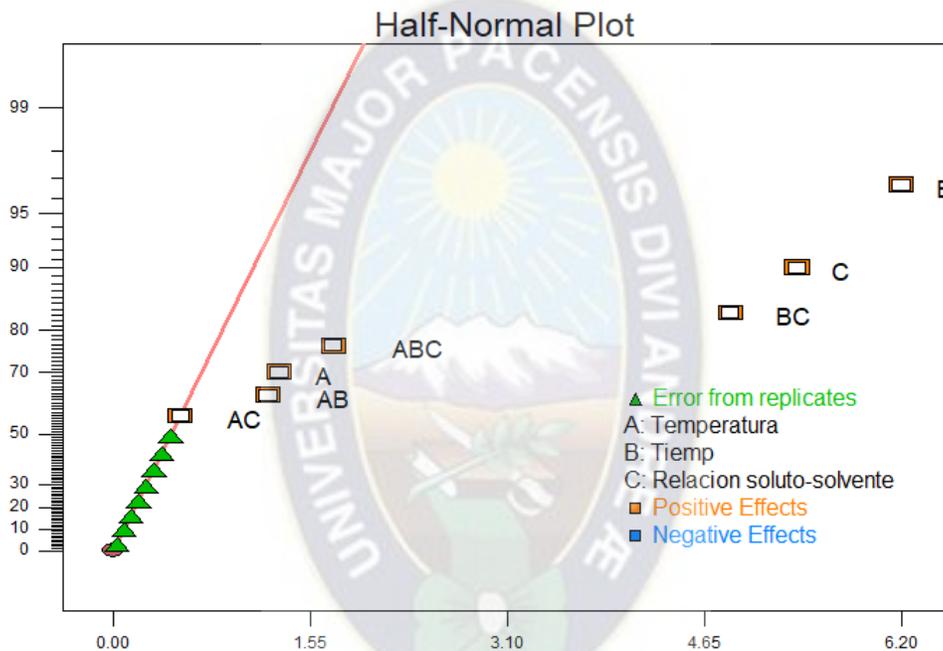
Factor	Estimación del efecto	Suma de cuadrados	Contribución Porcentual
A: Temperatura	1,31	6,87	1,70
B: Tiempo	6,20	153,94	38,05
C: Relación soluto-solvente	5,38	115,95	28,66
AB	1,22	5,97	1,48
AC	0,53	1,14	0,28
BC	4,86	94,36	23,32
ABC	1,73	12,03	2,97

Fuente: Elaboración Propia

Interpretación de los datos (Arivivi):

En el ANOVA del **Arivivi**, los efectos A (Temperatura), B (Tiempo), C (Relación disolvente-soluto) son positivos, lo que indica que, al aumentar la temperatura, Relación Disolvente/Soluto y el tiempo desde un nivel bajo hasta un nivel alto incrementa el rendimiento en capsaicinoides, siendo los factores más significativos en el proceso de extracción de capsaicinoides el Tiempo, relación soluto-disolvente.

4.7.2.2. ANALISIS DE LA GRAFICA MEDIA NORMAL



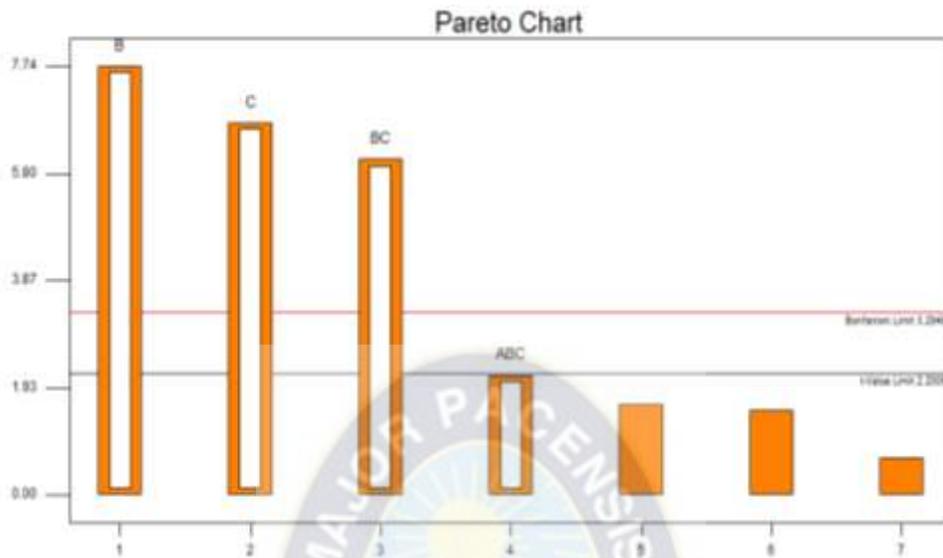
Gráfica 17: Gráfica de media Normal (Arivivi)

Fuente: *Elaboración propia en el Programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

La grafica media normal permite identificar el comportamiento de los efectos en el proceso. Los efectos más significativos tienden a ir hacia la derecha y los menos significativos tienden a ir hacia la izquierda. Se observa que los efectos B, C y las interacciones BC y ABC, tienden hacia la derecha por tanto son influyentes en el proceso.

4.7.2.3. ANALISIS DEL DIAGRAMA DE PARETO



Gráfica 18: Diagrama de Pareto (Arivivi)

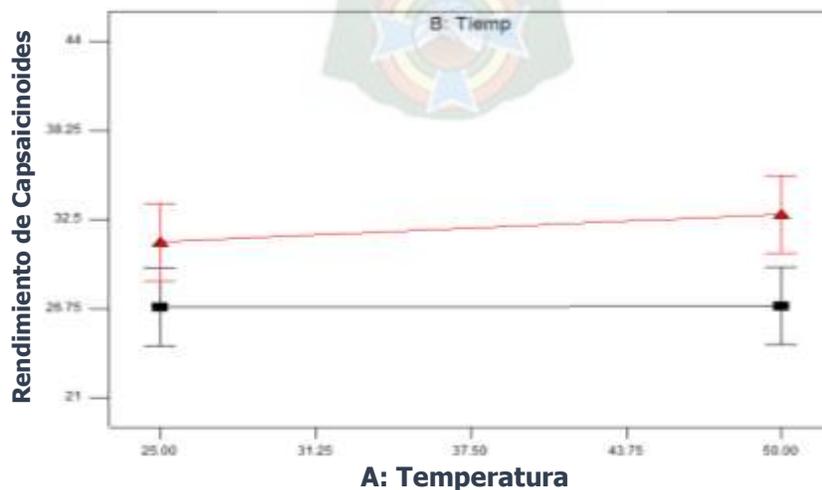
Fuente: *Elaboración propia en el Programa Design Expert 7.0*

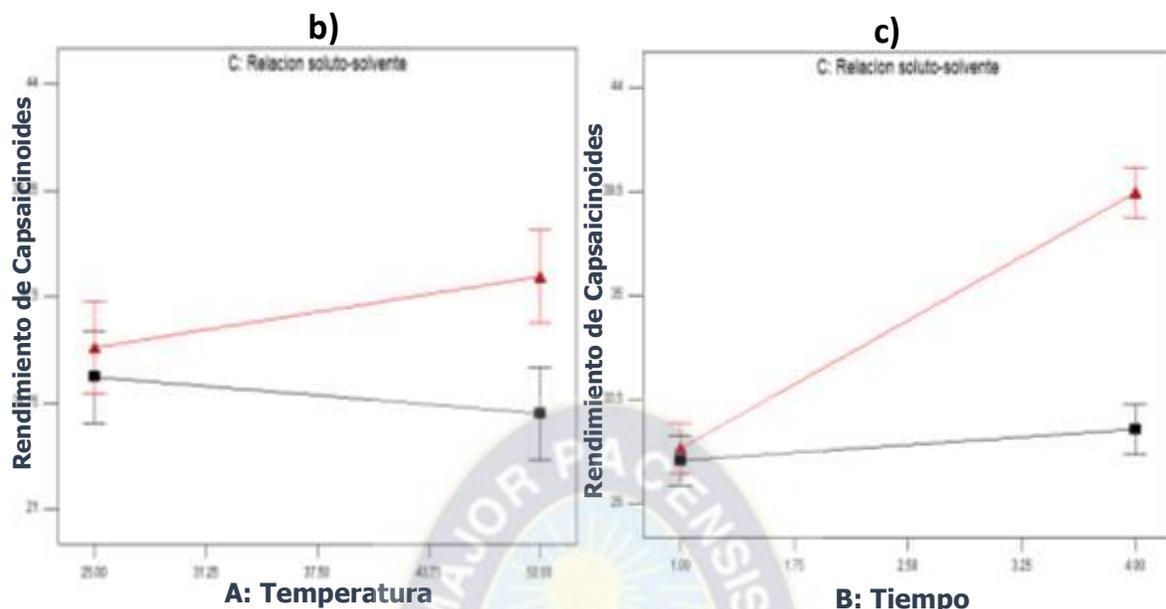
Interpretación:

El Diagrama de Pareto representa la influencia de los factores y las interacciones en el proceso de extracción del Licopeno. En la gráfica 18 se observa que los efectos son directamente proporcionales a la variable de respuesta (Rendimiento de capsaicinoides). Los factores más influyentes según el grafico son BC, B, C, AC y ABC en tanto que A y AB, no tienen efecto en el proceso de extracción.

4.7.2.4. ANALISIS DE LAS INTERACCIONES

a)





Gráfica 19: a) Interacción AB, b) Interacción AC, c) Interacción BC en Arivivi

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

Se observa que la interacción A (Temperatura) y B (Tiempo), interactúan de forma que, para un tiempo mínimo al incrementar la temperatura, aumenta el rendimiento de capsaicinoides. Mientras que la interacción A (Temperatura) y C (Relación soluto/solvente), para una relación soluto solvente máxima al incrementar la temperatura, el rendimiento de capsaicinoides incrementa. Así mismo se observa en la interacción B (Tiempo) y C (Relación soluto/solvente) que para una relación soluto solvente máxima el rendimiento de capsaicinoides incrementa de manera significativa.

Figura 30. Muestra en agitador magnético con temperatura (Arivivi)



Fuente: *Elaboración Propia*

4.8. ANALISIS DE LA TABLA ANOVA

Se realiza el análisis tanto para Locoto como para Arivivi

4.8.1. ANALISIS DEL ANOVA PARA EL LOCOTO

Tabla 30: Análisis de Varianza (Locoto)

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	Fo	Valor Prob.
A (Temperatura)	3,17	1	3,17	1,9	0,1986
B (Tiempo)	28,34	1	28,34	16,96	0,0021
C (Relación Disolvente/Soluto)	156,58	1	156,58	93,72	0,0001
AC	14,00	1	14,00	8,38	0,0160
BC	17,34	1	17,34	10,38	0,0091
Error	14,47	8	14,47		
Total	233,9	15			

Fuente: *Elaboración Propia en el Programa Design Expert*

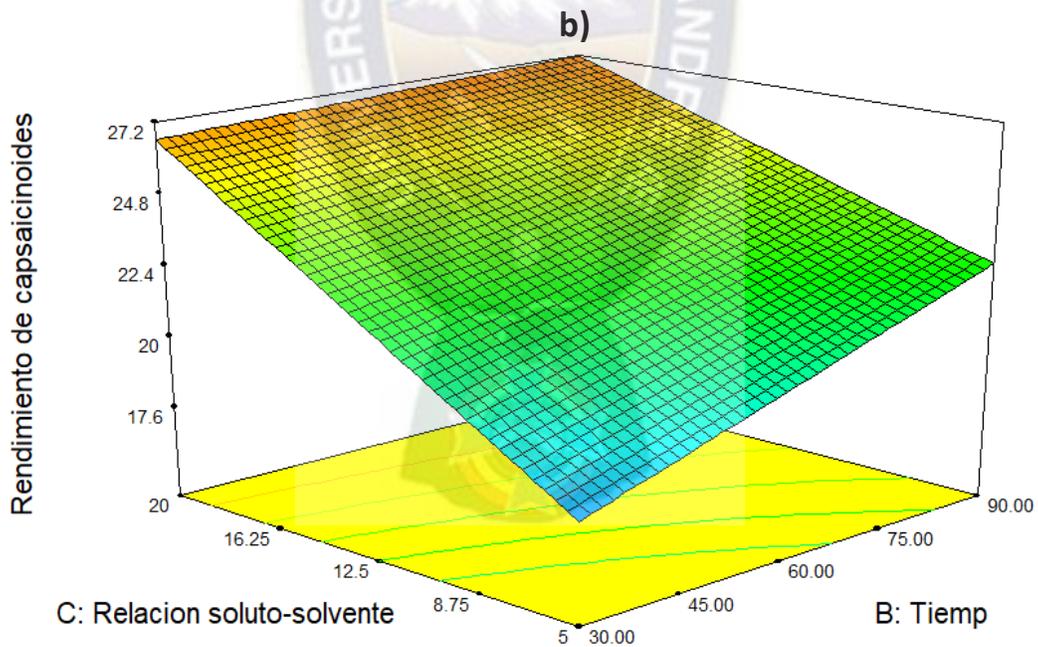
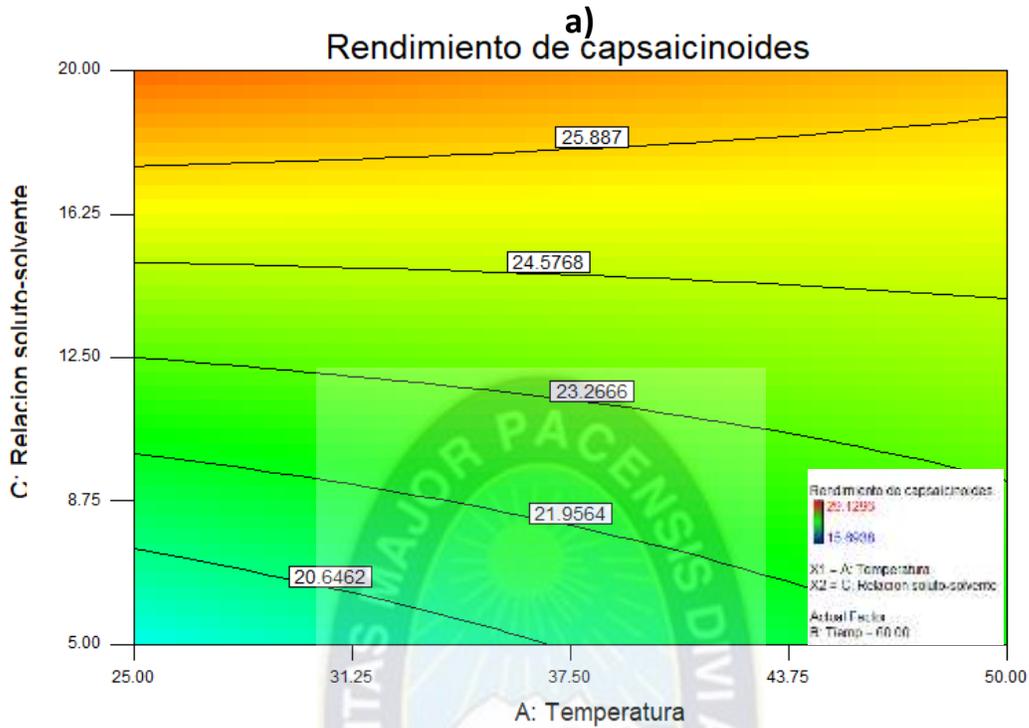
Interpretación:

La tabla de Análisis de Varianza indica si los efectos del modelo son significativos comparando el valor de la probabilidad "Prob" con el valor de significancia "F" ($F = 0.0500$).

En este proceso los efectos, B (Tiempo), C (Relación: Disolvente/Soluto) así como las interacciones AC y BC son significativos debido a que los valores de la "Prob" son menores a 0.0500, A debe incluirse debido a la jerarquía.

Las interacciones AB y ABC, no fueron tomados en cuenta debido a que su contribución porcentual era mínima por lo cual no son significativos.

4.8.1.1. ANALISIS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA



Gráfica 20: a) Interacción AC superficie de contorno, b) Interacción BC en gráfica 3D

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

Se observa en **a)** la interacción, A (Temperatura) en el eje “x”, C (Relación: Disolvente/Soluto) en el eje “y”, con un rendimiento en capsaicinoides que va desde 15,69 hasta 29,13 %.

En **b)**, la interacción B (Tiempo) en el eje “x”, C (Relación disolvente/soluto) en el eje “y”, el Rendimiento de Capsaicinoides en el eje “z” muestran como la variable respuesta (Rendimiento de Capsaicinoides) incrementa proporcionalmente conforme va aumentando el tiempo y la Relación Disolvente/Soluto desde la zona celeste hasta la zona naranja.

4.8.1.2. ECUACION DEL MODELO AJUSTADO

Considerando que los factores más influyentes en el proceso de extracción de Capsaicinoides son B (Relación disolvente /Soluto), C (Tiempo) así como las interacciones BC y AC, se obtiene la ecuación del modelo ajustado, sin embargo, se toma en cuenta el factor A debido a la jerarquía.

$$\text{Rendimiento de Capsaicinoides} = 6,57 + 0,16 \cdot A + 0,10 \cdot B + 1,05 \cdot C - 9,9 \cdot 10^{-3} \cdot A \cdot C - 4,6 \cdot 10^{-3} \cdot B \cdot C$$

Ecuación en función de las variables:

$$\eta_{Cap.} = 6,57 + 0,16 \cdot T + 0,10 \cdot t + 1,05 \cdot R - 9,9 \cdot 10^{-3} \cdot T \cdot R - 4,6 \cdot 10^{-3} \cdot t \cdot R$$

Donde:

- T = Temperatura
- t = Tiempo
- R = Relación Disolvente/soluto

4.8.1.3. OPTIMIZACION DEL PROCESO

Mediante el programa Design Expert se determina que los parámetros óptimos de operación determinados son:

Tabla 31: Parámetros óptimos de Operación para Locoto

Variable	Valor	Unidad
Temperatura	50	(°C)
Tiempo	90	(min)
Relación Disolvente-soluto	10/1	(ml/g)

Fuente: *Elaboración Propia*

De acuerdo a las condiciones de operación que se muestra en la Tabla 30, se obtiene un Rendimiento de capsaicinoides de 25,15%.

4.8.2. ANALISIS DEL ANOVA PARA EL ARIVIVI

Tabla 32: Análisis de Varianza (Arivivi)

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de Libertad	Cuadrado Medio	Fo	Valor Prob.
A (Temperatura)	6,87	1	6,87	31,17	0,0857
B (Tiempo)	153,94	1	153,94	3,84	0,0001
C (Relación Disolvente/Soluto)	115,95	1	115,95	86,08	0,0001
AB	5,97	1	5,97	64,83	0,1051
AC	1,14	1	1,14	3,34	0,4485
BC	94,36	1	94,36	0,64	0,0001
ABC	12,03	1	12,03	52,76	0,0319
Error	14,31	8	14,31		
Total	390,25	15			

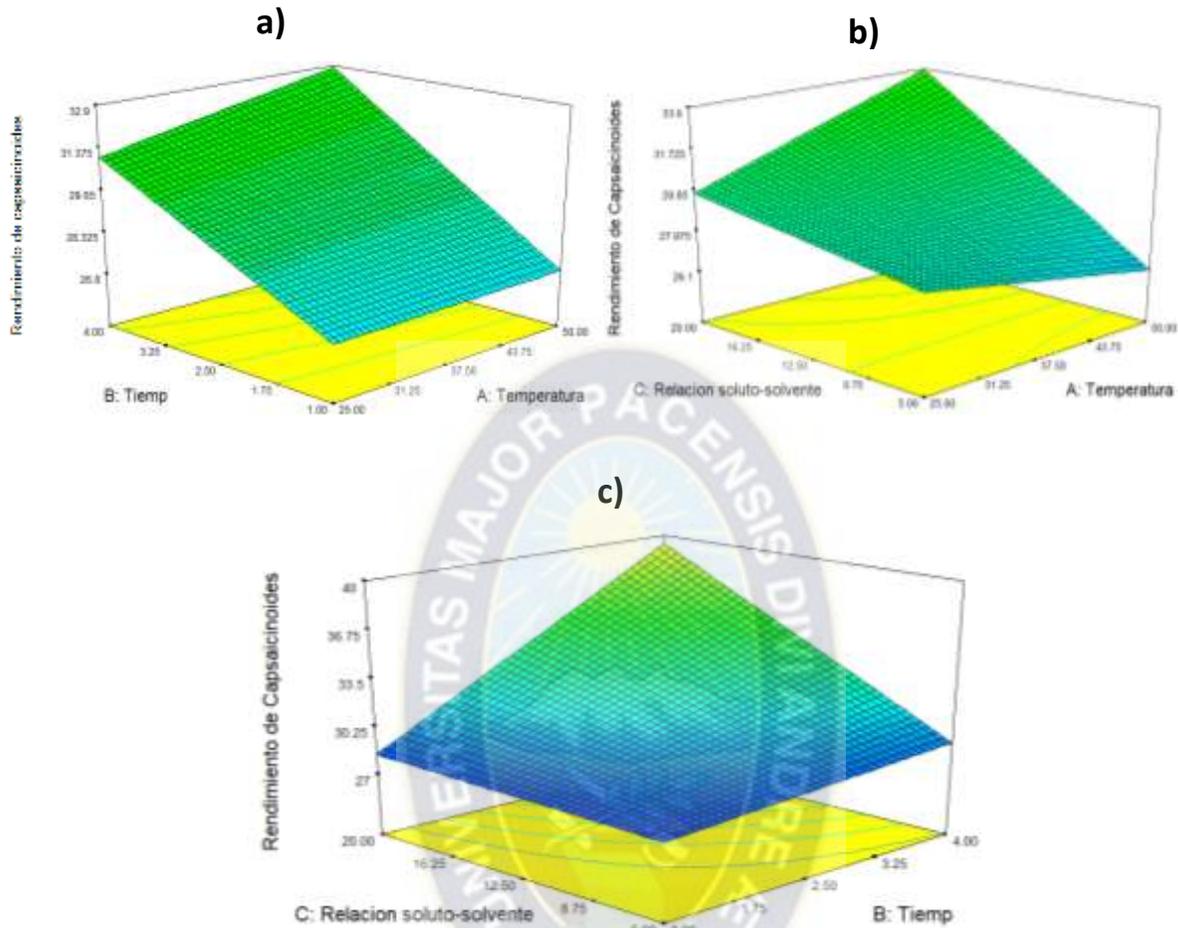
Fuente: *Elaboración Propia en el Programa Design Expert*

Interpretación:

En este proceso los efectos, B (Tiempo), C (Relación: Disolvente/Soluto) así como las interacciones ABC y BC son significativos debido a que los valores de la "Prob" son menores a 0.0500.

Las interacciones AB, A y AC, tienen valores mayores a 0,05 sin embargo se los toma en cuenta debido a la jerarquía.

4.8.2.1. ANALISIS DE LA SUPERFICIE DE RESPUESTA



Gráfica 21: a) Interacción AB, b) Interacción AC, c) Interacción BC, todos en gráfica 3D

Fuente: *Elaboración propia en el programa Design Expert 7.0*

Interpretación:

Se observa en **a)** la interacción, A (Temperatura) en el eje “x”, B (Tiempo) en el eje “y”, el Rendimiento de Capsaicinoides en el eje z, se observa que, para un tiempo y una temperatura máximos, el rendimiento en capsaicinoides incrementa proporcionalmente.

En **b)**, la interacción A (Temperatura) en el eje “x”, C (Relación disolvente/soluto) en el eje “y”, el Rendimiento de Capsaicinoides en el eje “z” muestran como la variable respuesta incrementa conforme va aumentando la Temperatura y la Relación Disolvente/Soluto.

En **c)**, la interacción B (Tiempo) en el eje “x”, C (Relación disolvente/soluto) en el eje “y”, el Rendimiento de Capsaicinoides en el eje “z” muestran como la variable respuesta incrementa conforme va aumentando el tiempo y la Relación Disolvente/Soluto.

4.8.2.2. ECUACION DEL MODELO AJUSTADO

Considerando que los factores más influyentes en el proceso de extracción de Capsaicinoides son B (Relación disolvente /Soluto), C (Tiempo) así como las interacciones BC y AC, y ABC se obtiene la ecuación del modelo ajustado, sin embargo, se toma en cuenta el factor A y la relación AB debido a la jerarquía.

$$\begin{aligned} \text{Rendimiento de Capsaicinoides} = & 23,50 + 0,13 \cdot A + 1,04 \cdot B + 0,29 \cdot C - 0,044 \cdot A \cdot B - 0,012 \cdot A \cdot C \\ & - 0,015 \cdot B \cdot C + 6,2 \cdot 10^{-3} \cdot A \cdot B \cdot C \end{aligned}$$

Ecuación en función de las variables:

$$\begin{aligned} \eta \text{ Cap.} = & 23,50 + 0,13 \cdot T + 1,04 \cdot t + 0,29 \cdot R - 0,044 \cdot T \cdot t - 0,012 \cdot T \cdot R - 0,015 \cdot t \cdot R \\ & + 6,2 \cdot 10^{-3} \cdot T \cdot t \cdot R \end{aligned}$$

Donde:

- T = Temperatura
- t = Tiempo
- R = Relación Disolvente/soluto

4.8.2.3. OPTIMIZACION DEL PROCESO

Mediante el programa Design Expert se determina que los parámetros óptimos de operación son:

Tabla 33: Parámetros óptimos de Operación para Arivivi

Variable	Valor	Unidad
Temperatura	50	(°C)
Tiempo	3	(Hrs)
Relación Disolvente-soluto	10/1	(ml/g)

Fuente: *Elaboración Propia*

De acuerdo a las condiciones de operación que se muestra en la Tabla 32, se obtiene un Rendimiento de capsaicinoides de 34,21 %.

4.9. OBTENCION DE CAPSAICINOIDES

Para la obtención de Capsaicinoides, se realizó una extracción de capsaicinoides utilizando acetato de etilo, el solvente seleccionado en ambos casos (locoto, Arivivi), utilizando las condiciones de operación dadas por el programa Design Expert, se obtuvo un rendimiento de 25,15 % en Locoto y de 34,21 % en Arivivi, a partir de estos extractos es que se realizan columnas cromatográficas para la obtención de capsaicinoides.

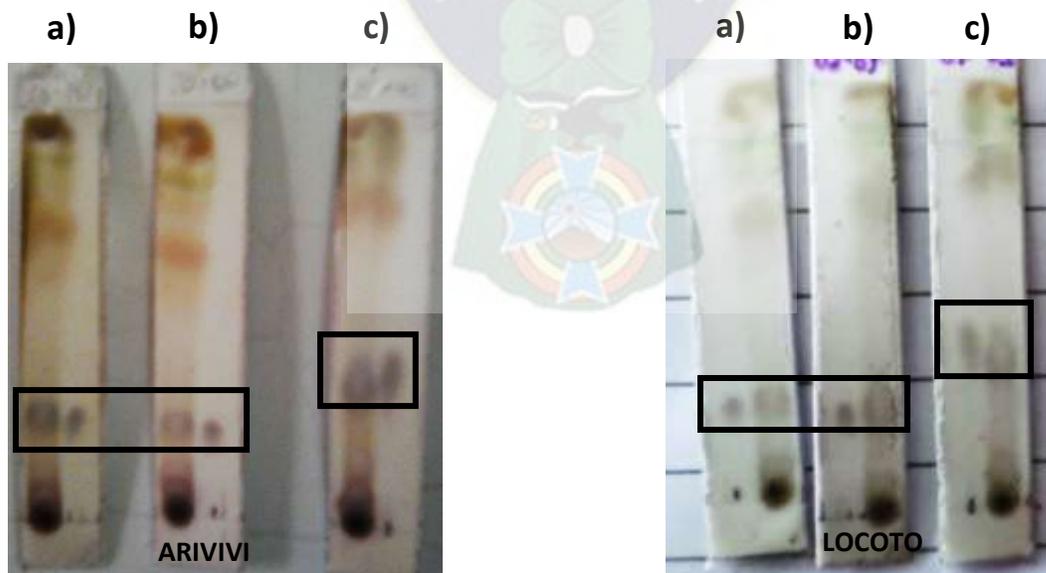
4.9.1. CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA

4.9.1.1. SELECCIÓN DEL ELUYENTE PARA LA COLUMNA

Se hacen placas TLC de control con los extractos para determinar el eluyente adecuado a usar en la cromatografía en columna. Los eluyentes se los selecciona debido a su polaridad (Enkelejda, 2013)

Para desarrollar las placas, se prueba primero con una solución de **A** acetato de etilo y éter de petróleo (20-60) en una proporción (30:70), **B** acetato de etilo y éter de petróleo (20-60) en una proporción (50:50) y **C** acetato de etilo y éter de petróleo (20-60) en una proporción (40:60), de acuerdo a las placas el mejor eluyente, el que consigue una mejor separación es el **C**, en todos los casos se compara con el patrón de capsaicina.

Figura 31. Placas cromatográficas en eluyentes usando diferentes éteres



Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Para verificar si el éter usado es el correcto se hacen pruebas usando la proporción **C**, con éter de petróleo **a)** (20-40), **b)** (40-60) y **c)** (20-60), para ver con cual de todos se hace una mejor separación, comparando con el patrón el punto en el cual se encuentran los capsaicinoides.

Los resultados obtenidos muestran que el mejor eluyente, es el **C**, puesto que con este se logra una mejor separación, en todos los casos se compara con el patrón de capsaicina para verificar el punto en el cual se encuentran los capsaicinoides.

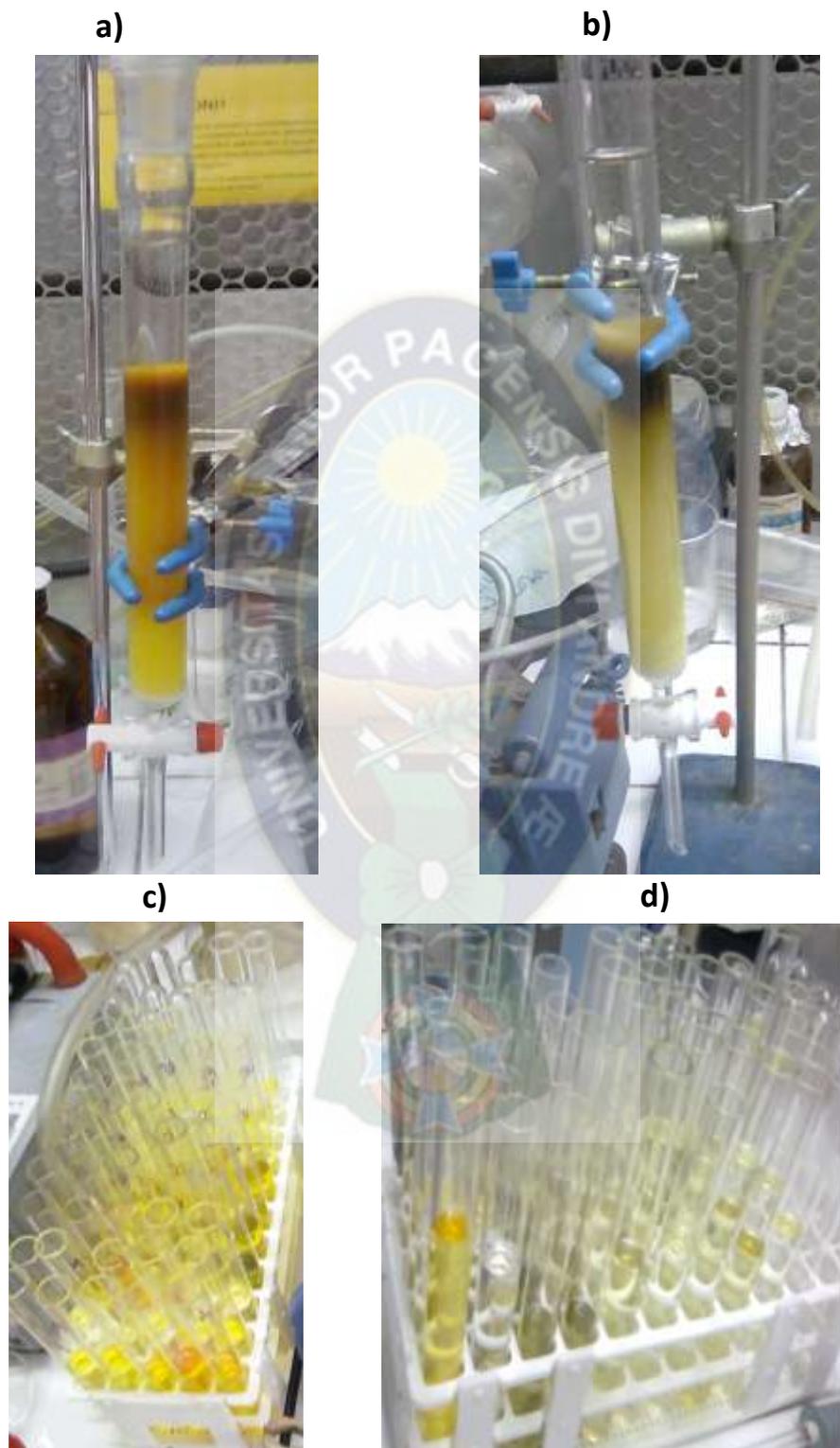
Se utiliza estos eluyentes debido a que en los capsaicinoides las polaridades de los enlaces individuales, están arregladas de tal forma que se cancelan entre sí, entonces las moléculas terminan siendo en su mayoría no polares, especialmente la larga cola de hidrocarburo no polar, aunque no así en el resto de la estructura, por esta razón se usa éter que arrastrara los componentes altamente no polares y se agrega acetato de etilo para incrementar la polaridad de forma que los Capsaicinoides no sean arrastrados con todo el conjunto y así lograr una mejor separación.

4.9.1.2. PREPARACIÓN Y EJECUCION DE LA COLUMNA CROMATOGRÁFICA

Para el aislamiento de capsaicinoides se hace una cromatografía en columna utilizando como fase estacionaria un absorbente (gel de sílice) y como fase móvil un eluyente líquido [acetato de etilo, éter de petróleo (20-60) en proporción 40:60]. En general la cantidad de gel de sílice debe pesar al menos 30 veces más que la muestra, en el Anexo E se muestra el cálculo para la cantidad de gel de sílice a usarse.

Una vez bien empaquetada la columna, se hace un lavado con éter de petróleo (20-60), preparando el gel de sílice para la siembra de la muestra, luego se vierte la muestra en la columna procurando derramar por las paredes de la columna con una pipeta Pasteur, se realiza de este modo para que la muestra corra de forma homogénea a lo largo de toda la columna. Se debe tener en cuenta antes de sembrar que no debe haber formación de burbujas a lo largo de la columna.

Figura 32. Columnas con muestras a) Arivivi, b) Locoto, Muestras recogidas de las columnas c) Arivivi, d) Locoto



Fuente: *Elaboración Propia*

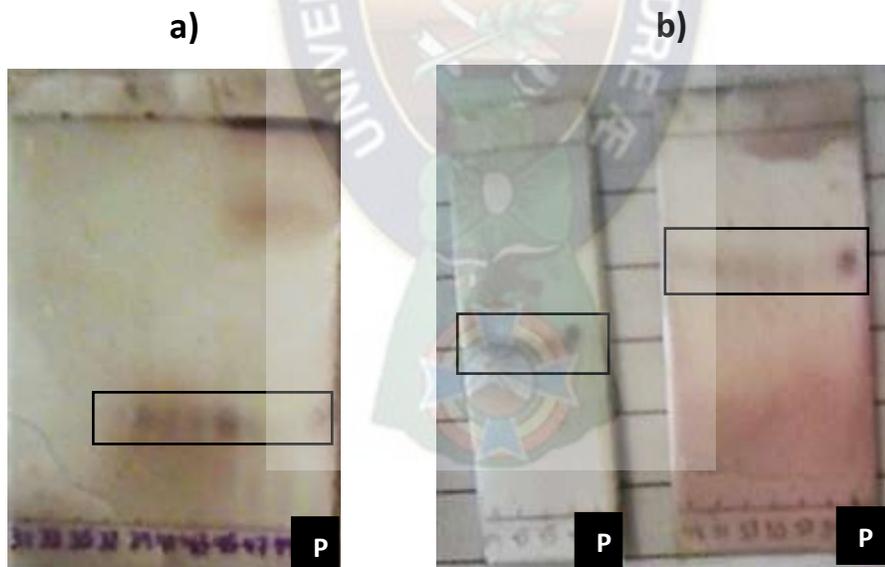
Interpretación:

Primeramente, se añade éter de petróleo (20-60) 100% mientras se recoge las muestras de acuerdo a cada color hasta que sea casi transparente, luego se aumenta la polaridad utilizando una mezcla de acetato de etilo, éter de petróleo (20:80) de igual forma hasta que las muestras recogidas sean casi transparentes por último, se sube la polaridad con una mezcla (40:60) en acetato y éter, de forma que se separen los capsaicinoides del resto de los componentes, se continua hasta que la muestra saliente sea completamente transparente. En el anexo E se muestran las placas de todas las muestras obtenidas, así como el peso de estas una vez concentradas.

4.9.1.3. IDENTIFICACION DE CAPSAICINOIDES POR CROMATOGRAFÍA TLC

En el caso del Arivivi se recolectaron 66 muestras y en el caso del Locoto se recolectaron 61 muestras, las placas se realizan de manera intercalada en cada caso, a continuación, se muestran las imágenes, pero solo de aquellas en que aparecen los capsaicinoides.

Figura 33. Placas TLC a) Locoto, b) Arivivi



Fuente: Elaboración Propia

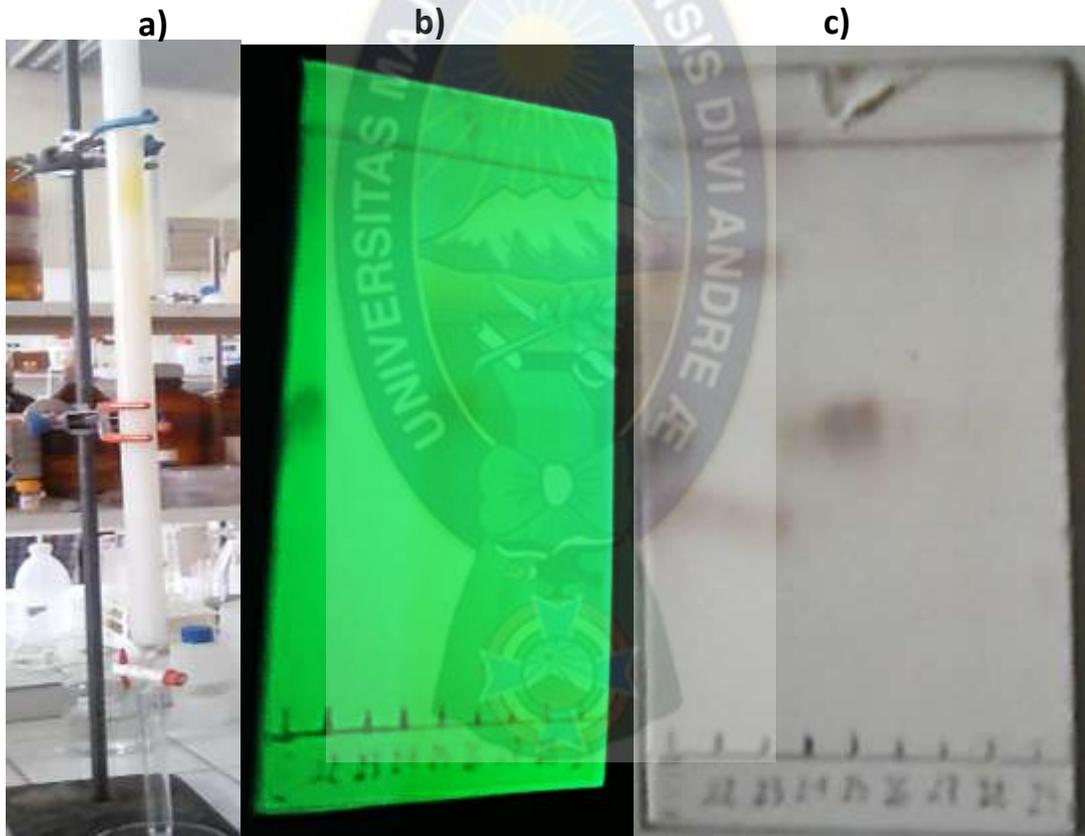
Interpretación:

Se comprueba que las muestras obtenidas de la cromatografía son capsaicinoides, comparando los valores de R_f de las muestras con el R_f del patrón. Sin embargo, se

observa que la muestra no está pura por lo que se unen todas las muestras que contienen capsaicinoides y se realiza una columna Sephadex

El Sephadex es un típico ejemplo de tamiz molecular, separa las moléculas de acuerdo a su forma y tamaño. No debe existir ninguna interacción del material tamizador con las moléculas que pasan por este. Por tanto, se usa el Sephadex como fase estacionaria y etanol como fase móvil. Es con esta columna que finalmente se logra aislar los capsaicinoides de otros compuestos. De la misma forma que la anterior columna se colecta las muestras y se realiza una placa TLC para identificar capsaicinoides.

Figura 34. a) Columna Sephadex, b) Placa bajo luz UV 254nm c) Placa revelada



Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación

Las primeras muestras que salen de la columna no contienen capsaicinoides, pero mediante se va desarrollando la columna y se realizan placas TLC, se observa que van

apareciendo. Las muestras que contienen capsaicinoides se unen en una sola que posteriormente se lleva a concentración (rotavapor).

Habiendo pesado los extractos y después de las columnas pesando los componentes separados y concentrados se tiene:

- De 9,5 g de arivivi molido y seco se obtienen 63,8 mg de capsaicinoides:

$$100 \text{ g}_{ARV \text{ seco molido}} \cdot \frac{63,8 \text{ mg}_{\text{capsaicinoides}}}{9,5 \text{ g}_{ARV \text{ seco molido}}} = 671,5 \text{ mg}$$

- De 10,25 g de locoto molido y seco se obtienen 38,1 mg de capsaicinoides:

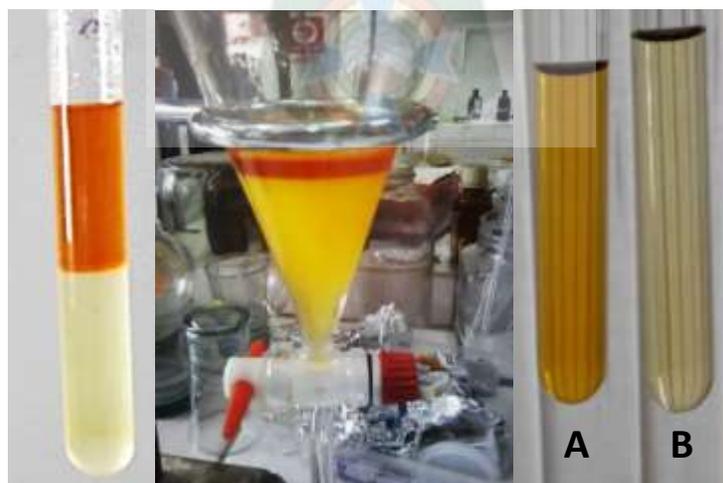
$$100 \text{ g}_{LOC \text{ seco molido}} \cdot \frac{38,1 \text{ mg}_{\text{capsaicinoides}}}{10,25 \text{ g}_{LOC \text{ seco molido}}} = 371,7 \text{ mg} \cong 372 \text{ mg}$$

El desarrollo completo se tiene en el Anexo E. Las muestras de capsaicinoides son llevadas a RMN para obtención de su espectro de resonancia y posteriormente se lleva a cuantificación.

4.9.2. EXTRACCION LIQUIDO-LIQUIDO

Para este método se usa una solución de NaOH, con lo cual se basifica el extracto, el grupo OH atacará al grupo enlazante amida, con lo cual la fase acuosa contendrá los capsaicinoides, lo que se quiere es que los capsaicinoides sean solubles en agua, con lo cual se separan la fase acuosa y la fase orgánica, la líquida conteniendo los capsaicinoides y la orgánica conteniendo todos los componentes insolubles en agua, como grasas, betacarotenos, etc.

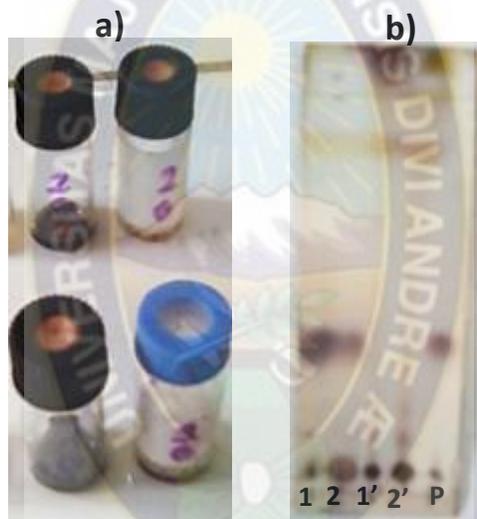
Figura 35. Separación de 2 fases acuosa y orgánica y fase acuosa neutralizada



Fuente: *Elaboración Propia*

Después de separar ambas fases, se neutraliza la solución acuosa con la solución ácida, hasta llegar a un pH=7 y se concentra la solución acuosa. La muestra ya concentrada se extrae con el mismo solvente usado en la extracción inicial y se procede al posterior análisis, para determinar la concentración de capsaicinoides. En la figura 35 se muestra la separación de fases para una muestra pequeña y otra grande en Arivivi, así también se observa 2 muestras la muestra **A**, Arivivi fase acuosa y la muestra **B**, Locoto fase acuosa, ambas neutralizadas. El desarrollo con las cantidades usadas de solvente y extracto se encuentra en el Anexo F.

Figura 36. a) Extractos de capsaicinoides y residuos orgánicos b) Placas de los extractos (Locoto)



Fuente: *Elaboración Propia*

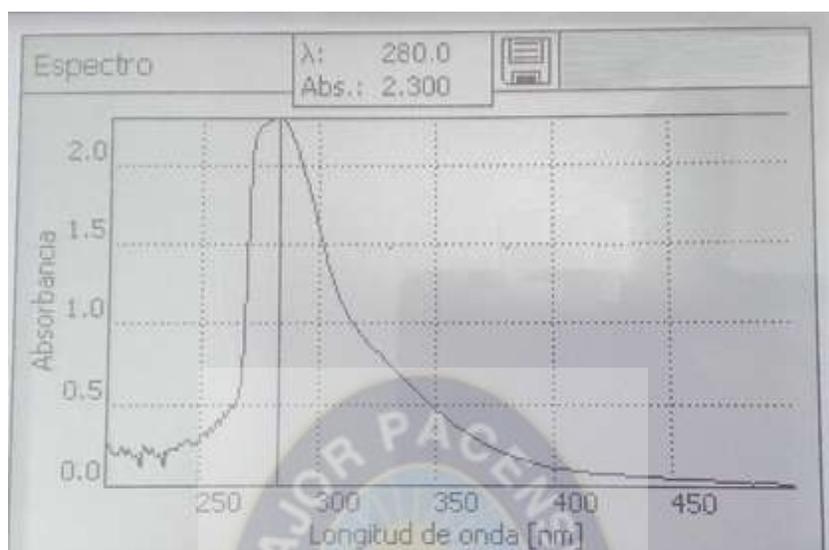
Interpretación:

Las placas corresponden a una muestra de Locoto 1, siendo 2 la réplica, puesto que coinciden en el mismo punto del patrón de capsaicina, son capsaicinoides, y siendo 1' y 2', las muestras de los residuos orgánicos. Que como se observa no contienen rastros de capsaicinoides.

4.9.2.1. ESPECTROFOTOMETRIA UV-VIS

Se realiza un espectro de capsaicinoides de la muestra para obtener la longitud de onda y así hacer la comparación con el rango de longitud de onda bibliográfica para capsaicinoides que debe oscilar de entre 279 y 285 nm.

Figura 37. Espectro de muestra concentrada capsaicinoides (Arivivi)

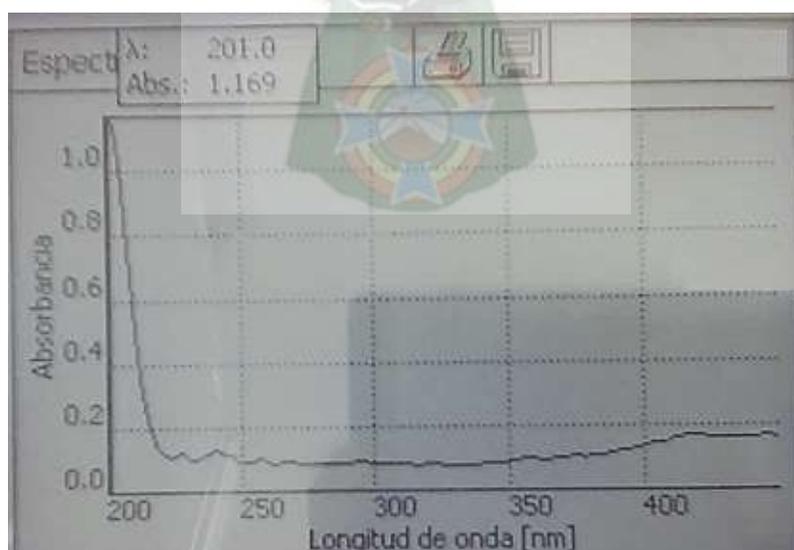


Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Se observa que la longitud de onda, corresponde con los datos bibliográficos, además se tiene una alta concentración. Lo cual indica que los capsaicinoides han sido separados de forma satisfactoria durante la extracción líquido-líquido. Con la absorbancia se puede leer en la curva de calibración la concentración final. Al analizar el residuo de la fase orgánica que es lo que se obtuvo después de la separación de ambas fases orgánica y acuosa se tiene lo siguiente:

Figura 38. Espectro de muestra residuos de fase orgánica (Arivivi)



Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

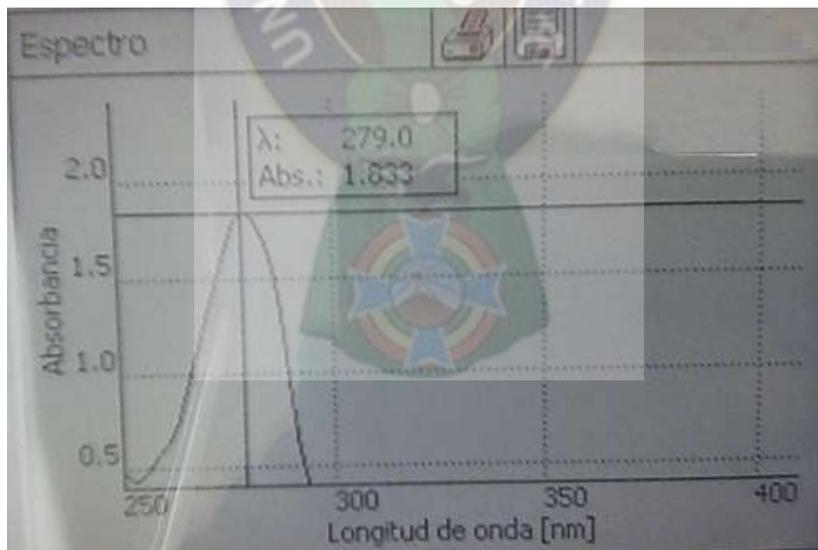
Lo que se observa es que la fase orgánica no contiene capsaicinoides, ya que de existir estos en la fase orgánica, indicaría que no hubo una buena separación, lo cual no ocurre con lo que los resultados son satisfactorios.

Figura 39. Muestra neutralizada, extraída con acetato



Fuente: *Elaboración Propia*

Figura 40. Espectro de muestra concentrada capsaicinoides (Locoto)



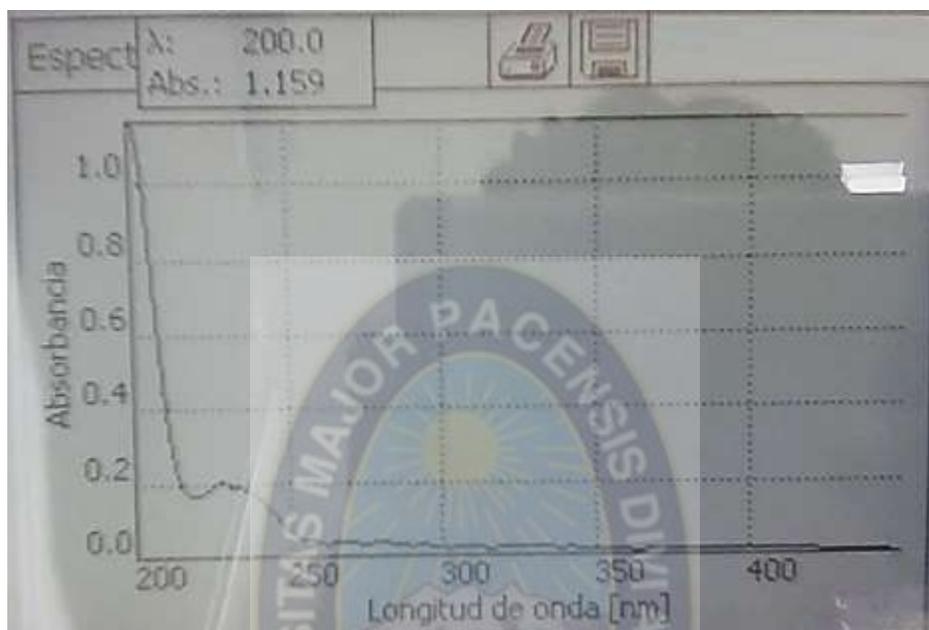
Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Se observa que la longitud de onda corresponde con los datos bibliográficos, además se observa una alta absorbancia. Lo cual indica que los capsaicinoides se han separado de

forma satisfactoria durante la extracción líquido-líquido. Analizando la fase orgánica se tiene el siguiente espectro:

Figura 41: Espectro de muestra residuos de fase orgánica (Locoto)



Fuente: *Elaboración Propia*

Interpretación:

Se observa en la fase orgánica que, no contiene capsaicinoides, de existir estos saldría reflejado en la longitud de onda, lo cual no ocurre, entonces los resultados son satisfactorios.

Si bien el método de extracción ácido base es más económico que el método cromatográfico, al observar las placas TLC de la figura 36, se puede ver que, aunque se logra separar los capsaicinoides con la extracción ácido base, éstos no se encuentran puros en su totalidad, por lo que los extractos resultantes de esta son extractos purificados del extracto inicial, con alta concentración en capsaicinoides.

Capítulo 5



Diseño del Equipo

CAPITULO 5

5. DISEÑO DEL EXTRACTOR

Mediante el diseño experimental se identifica las características para el diseño del equipo de extracción. Se determina la viscosidad con un viscosímetro de Ubbelohde y la densidad del fluido con la ayuda de un picnómetro.

Suponiendo que el recipiente original es un cilindro estándar con $D_{t1} = H_1$, ya que esto facilita el escalamiento y obtención de una relación de escala

Las características y dimensiones para el equipo de extracción son:

Tabla 33: Datos a nivel laboratorio

Variables	Valor	Valor S.I.
Densidad	0,95551 [g/cm ³]	955,51 [Kg/m ³]
Viscosidad	0,49 [cP]	4,9 *10 ⁻⁴ [Pa-s]
Velocidad del Agitador	200 [RPM]	3,3333 [rev/s]
Temperatura	50 [°C]	50 [°C]
Tamaño de Partícula	60 [0,250 mm]	2,5*10 ⁻⁴ [m]
Relación soluto-disolvente	1:10	1:10
Tiempo	90 [min]	5400 [s]
H tanque	6,7 [cm]	0,067 [m]
H líquido	3,8 [cm]	0,038 [m]
D tanque	3,8 [cm]	0,038 [m]

Fuente: *Elaboración Propia*

Este es un arreglo estándar para tanques agitados, donde la altura del líquido es aproximadamente igual al diámetro del tanque. (Kayode, 2001)

5.1. CALCULO DE LA MASA DE MATERIA PRIMA NECESARIA

Para este diseño del extractor a nivel Bench:

$$V = 20 g_{cap} \cdot \frac{1000 mg_{cap}}{1 g_{cap}} \cdot \frac{100 g_{Locoto}}{372 mg} = 5376,34 g = 5,37 kg locoto$$

Se determina que para obtener 20 g de capsaicinoides, la masa necesaria de materia prima es de 5,37 kg recomendada para una escala Bench.

5.2. CALCULO DEL NUMERO DE REYNOLDS Y POTENCIA

- **Numero N_{Re} :** Para el Número de Reynolds a nivel laboratorio se tiene el diámetro del agitador:

$$D_a = 0,0127 [m]$$

Se ha definido experimentalmente que las suspensiones con una fracción de volumen del solido de ($\varepsilon = V_{sol}/V_{total}$) hasta 25-30% todavía muestran comportamiento newtoniano (Elena Barge, 2012). Para este régimen se calcula la viscosidad de la siguiente manera:

$$\mu_{susp} = \mu_{Liq} \cdot (1 + 2.5 \cdot \varepsilon)$$
$$\varepsilon = \frac{V_{sol}}{V_{total}} = \frac{2}{2 + 10} = \frac{2}{22} \rightarrow \varepsilon = 0,091$$

Reemplazando datos:

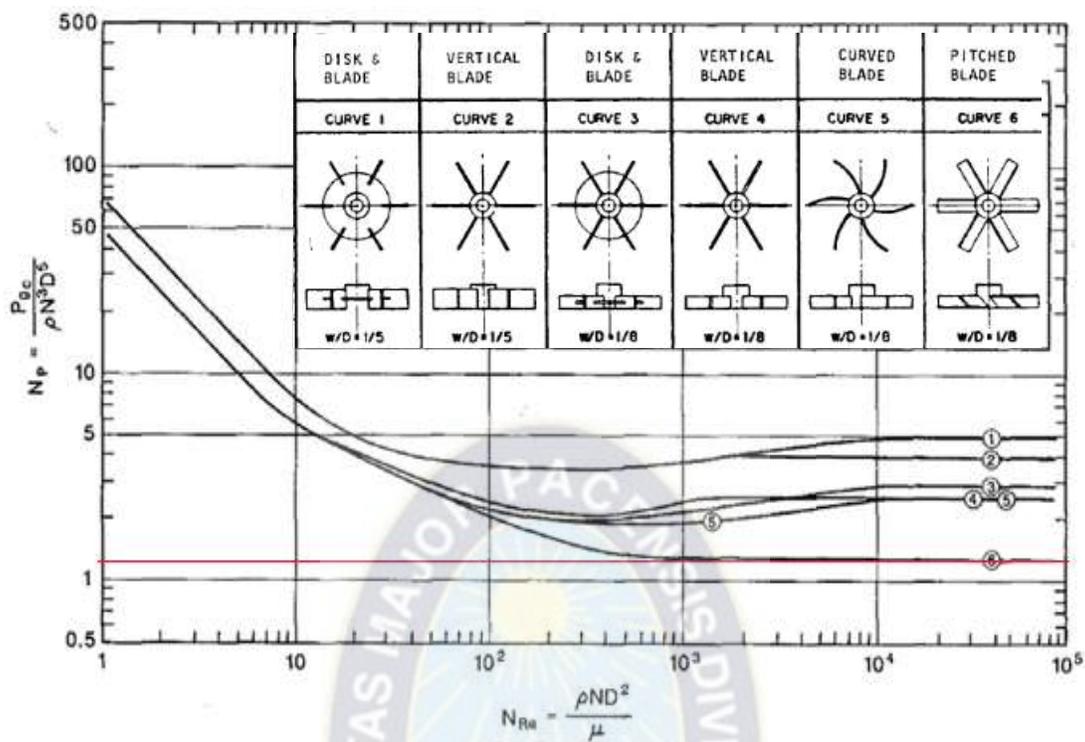
$$\mu_{susp} = 0,49 \cdot (1 + 2.5 \cdot 0,091)$$
$$\mu_{susp} = 0,6014 [cP] = 6,01 \cdot 10^{-4} [Pa - s]$$

Es necesario sustituir μ por el valor efectivo μ_{susp} de la suspensión sólido – líquido, reemplazando se tiene:

$$N_{Re} = \frac{N \cdot D^2 \cdot \rho}{\mu} = \frac{\left(3,33 \frac{rev}{s}\right) \cdot (0,0127 m)^2 \cdot \left(955,51 \frac{kg}{m^3}\right)}{6,01 \cdot 10^{-4} (Pa - s)}$$
$$N_{Re} = 854,76$$

Se aprecia que el Número de Reynolds es 854,76 y es mayor a 300 por lo que se encuentra en un régimen turbulento. Para el diseño se decide utilizar un impulsor de turbina de hoja inclinada para flujo axial, ya que este tiene las características de mantener los sólidos en suspensión, esto corresponde con la curva 6 de la gráfica 22.

- **Número de Potencia:** Con el número de Reynolds se puede determinar el número de potencia de acuerdo a la siguiente figura:



Gráfica 22: Diagrama de Relación entre número de Reynolds y número de Potencia

Fuente: *Manual para el Ingeniero Químico* (Rober Perry , 1999)

Donde:

$$N_p = 1,33$$

5.3. DIMENSIONES DEL EQUIPO A NIVEL BENCH

Según el Código ASME, se recomienda usar acero inoxidable del tipo AISI – 304, por su alta resistencia a la corrosión y por sus condiciones de esterilización. (ASME, 2001).

$$V = 20 g_{Cap} \cdot \frac{1000 mg_{Cap}}{1 g_{Cap}} \cdot \frac{100 g_{Locoto}}{372 mg} \cdot \frac{10 ml}{1 g} \cdot \frac{1 l}{1000 ml} = 53,76 l \cong 54 l$$

Se determina que para obtener 20 g de capsaicinoides, el volumen necesario es de 54 [L], recomendada para una escala Bench. Por otro lado, se necesitan 5,37 kg de locoto para obtener esta cantidad de capsaicinoides.

5.3.1. DIMENSIONES DEL TANQUE EXTRACTOR

El agitador elegido usa como agitador una turbina de 6 aspas tipo hoja inclinada por las siguientes características:

- La viscosidad del fluido está dentro del rango (<100000 cp).

- Recomendable para sólidos en suspensión.

Figura 42. Esquema de diseño del tanque de extracción



Fuente: *Elaboración Propia*

a. CÁLCULO DEL AUMENTO DE ESCALA

Se calcula el volumen a nivel Laboratorio para calcular el aumento de escala "R" con la ecuación:

$$V_1 = \frac{\pi \cdot D_{t1}^2}{4} \cdot H_1$$

$$V_1 = \frac{\pi \cdot 0,038^2}{4} \cdot 0,038 \quad \rightarrow \quad V_1 = 4,3096 \cdot 10^{-5} [m^3]$$

Por lo tanto, la relación a escala será:

$$R = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{1/3} = \left(\frac{53,76 [L]}{0,04309 [L]}\right)^{1/3} \quad \rightarrow \quad R = 10,7650$$

b. CÁLCULO DEL DIÁMETRO DEL TANQUE

$$R = \left(\frac{V_2}{V_1}\right)^{1/3} = \left(\frac{D_{t2}^3}{D_{t1}^3}\right)^{1/3}$$

$$D_{t2} = R \cdot D_{t1}$$

$$D_{t2} = 10,7650 \cdot 0,038 \quad \rightarrow \quad D_{t2} = 0,4091 [m]$$

c. CÁLCULO DE LA ALTURA DEL TANQUE

$$H_{t2} = R \cdot H_{t1}$$

$$H_{t2} = 10,7650 \cdot 0,067 \quad \rightarrow \quad H_{t2} = 0,7212 [m]$$

d. CÁLCULO DEL ESPESOR DE LOS DEFLECTORES

$$\frac{J}{D_{t2}} = \frac{1}{12}$$

$$J = \frac{D_{t2}}{12} = \frac{0,4091}{12} \rightarrow J = 0,0340 \text{ [m]}$$

e. CÁLCULO DEL DIÁMETRO TOTAL DEL AGITADOR

Para un impulsor de turbina de hoja inclinada para flujo axial la relación entre el diámetro del agitador y el diámetro del tanque es 0,48 (Doran, 2013)

$$\frac{D_{a2}}{D_{t2}} = 0,48$$

$$D_{a2} = 0,48 \cdot D_{t2}$$

$$D_{a2} = 0,48 \cdot 0,4091 \rightarrow D_{a2} = 0,1963 \text{ [m]}$$

f. CÁLCULO DE LA ALTURA DE LAS ASPAS DEL AGITADOR

Para un flujo turbulento, una turbina PBT, la relación entre la altura y el diámetro del agitador es 0,1. (Doran, 2013)

$$\frac{W}{D_{a2}} = 0,1$$

$$W = D_{a2} \cdot 0,1 = 0,1963 \cdot 0,1 \rightarrow W = 0,0196 \text{ [m]}$$

g. CÁLCULO DE LA ALTURA DEL AGITADOR SOBRE EL FONDO DEL TANQUE

$$\frac{E}{D_{t2}} = \frac{1}{3}$$

$$E = \frac{D_{t2}}{3} = \frac{0,4091}{3} \rightarrow E = 0,1363 \text{ [m]}$$

h. CÁLCULO DEL ESPACIO ENTRE PLACA Y TANQUE

$$\frac{f}{D_{t2}} = \frac{1}{50}$$

$$f = \frac{D_{t2}}{50} = \frac{0,4091}{50} = 0,0082 \text{ [m]}$$

5.3.2. NUMERO DE REYNOLDS PARA EL EQUIPO DE EXTRACCION

$$N_{Re} = \frac{N \cdot D^2 \cdot \rho}{\mu} = \frac{\left(3,33 \frac{rev}{s}\right) \cdot (0,1963 \text{ m})^2 \cdot \left(955,51 \frac{kg}{m^3}\right)}{6,01 \cdot 10^{-4} \text{ (Pa} \cdot \text{s)}}$$

$$N_{Re} = 204211,46$$

5.3.3. POTENCIA PARA EL EQUIPO DE EXTRACCION

El número de potencia se obtiene con el número de Reynolds y la curva del gráfico.

Calculando la potencia se tiene:

$$P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 \cdot D_a^5$$

De la gráfica con el número de Reynolds dado se tiene que:

$$N_p = 1,33$$

$$P = N_p \cdot \rho \cdot N^3 \cdot D_a^5 = 1,33 \cdot 955,51 \frac{Kg}{m^3} \cdot \left(3,333 \frac{rev}{s}\right)^3 \cdot (0,1963 m)^5$$

$$P = 15,062 [W]$$

5.3.4. CÁLCULO DE LA POTENCIA DEL MOTOR ELÉCTRICO REQUERIDA

La potencia requerida del motor eléctrico debe considerar la eficiencia de sus elementos (η), además de las pérdidas por fricción por lo que tiene las siguientes consideraciones:

Eficiencia del motor = 0,7

Pérdidas por fricción= 35%

$$P_m = \frac{P \cdot \delta}{\eta}$$

$$P_m = \frac{15,062 \cdot 1,35}{0,7}$$

$$P_m = 29,05 [W]$$

Considerando que este tipo de motor no está disponible en el mercado, se encuentra potencias de agitadores desde 1/8 hp – 1 hp, trifásico, regulado por un variador de frecuencia.

5.3.5. DIAMETRO DEL EJE PARA EL AGITADOR

Se usa la ecuación para el diámetro de un eje sometido a torque constante y flexión completamente reversible (Norton, 2010)

$$D_e = \left[\frac{32 \cdot N_f}{\pi} \cdot \sqrt{\left(K_f \cdot \frac{M_a}{S_f}\right)^2 + \frac{3}{4} \cdot \left(\frac{T_m}{S_y}\right)^2} \right]^{\frac{1}{3}}$$

En este caso no existen fuerzas transversales aplicadas que causen Flexión por lo tanto $M_a = 0$ y la ecuación se reduce a:

$$D_e = \left[\frac{32 \cdot N_f}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{3}{4} \cdot \left(\frac{T_m}{S_y} \right)^2} \right]^{\frac{1}{3}}$$

Con la siguiente ecuación se calcula el diámetro del eje:

La resistencia del material y de las cargas para diseños típicos de ejes es $N_f = 2$ y S_y es 3625,94 psi para el acero inoxidable AISI-304, la potencia en unidades HP. Se calcula T_m , con la siguiente ecuación:

$$T_m = \frac{P}{N} = 63000 \cdot \frac{0,0389}{200} = 12,27 \text{ [lb - pulg]}$$

Por lo tanto, se tiene:

$$D_e = \left[\frac{32 \cdot 2}{\pi} \cdot \sqrt{\frac{3}{4} \cdot \left(\frac{12,27 \text{ [lb - pulg]}}{3625,95 \text{ [psi]}} \right)^2} \right]^{\frac{1}{3}} = 0,391 \text{ [pulg]}$$

$$D_e = 0,00993 \text{ [m]} \approx 0,01 \text{ [m]}$$

Por tanto, los datos para el diseño del extractor a nivel Bench se muestra en la siguiente tabla:

Tabla 34. Dimensiones para el diseño del extractor escala Bench (Locoto)

Dato	Valor SI	Valor
D_t (Diámetro del Tanque)	0,4091 [m]	40,91 [cm]
H_t (Altura del Tanque)	0,7212 [m]	72,12 [cm]
J (Espesor de los deflectores)	0,0340 [m]	3,40 [cm]
D_a (Diámetro del Agitador)	0,1963 [m]	19,63 [cm]
W (Altura de las Aspas)	0,0196 [m]	1,96 [cm]
E (Altura Agitador sobre el Fondo)	0,1363 [m]	13,63 [cm]
D_e (Diámetro del Eje)	0,01 [m]	1 [cm]
Espacio (Placa – Tanque)	0,0082 [m]	0,82 [cm]
N_{Re}	204211,96	20421,96
P	29,05 [W]	29,05 [W]

Fuente: *Elaboración Propia*

Se realiza un cálculo general para la especie de Arivivi y se obtienen los siguientes resultados:

Tabla 35. Dimensiones para el diseño del extractor escala Bench (Arivivi)

Dato	Valor SI	Valor
D_t (Diámetro del Tanque)	0,3930 [m]	39,30 [cm]
H_t (Altura del Tanque)	0,6930 [m]	69,30 [cm]
J (Espesor de los deflectores)	0,033 [m]	3,3 [cm]
D_a (Diámetro del Agitador)	0,1886[m]	18,86 [cm]
W (Altura de las Aspas)	0,0188 [m]	1,88 [cm]
E (Altura Agitador sobre el Fondo)	0,131 [m]	13,10 [cm]
D_e (Diámetro del Eje)	0,0091 [m]	0,91 [cm]
Espacio (Placa – Tanque)	0,0079 [m]	0,79 [cm]
N_{Re}	180966,33	18096,33
P	22,48 [W]	22,48 [W]

Fuente: *Elaboración Propia*

Debido al parecido en estos datos se concluye que una sola configuración sirve para la extracción en ambos

5.4. SISTEMA DE CALEFACCIÓN PARA EL TANQUE

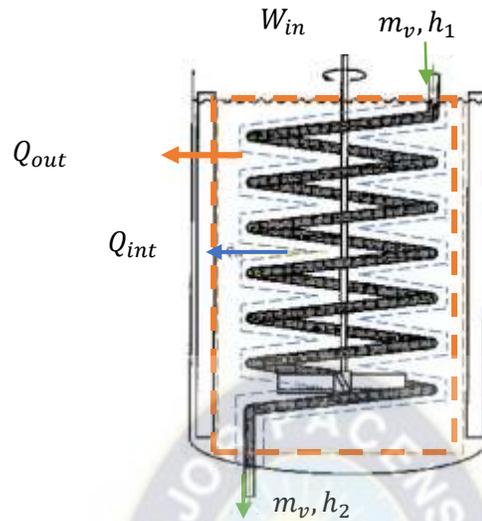
5.4.1. BALANCE DE ENERGÍA

Para el cálculo se tomaron las siguientes asunciones:

- El coeficiente global de transferencia de calor (U) es constante para el proceso y sobre toda la superficie.
- El caudal del fluido de calentamiento es constante.
- Los calores específicos de los fluidos son constantes a una temperatura promedio.
- El medio de calentamiento tiene temperatura constante.
- La agitación produce que la temperatura del fluido en el tanque sea uniforme.
- Los cambios de energía cinética y potencial son despreciables

El diseño será conforme al siguiente esquema:

Figura 43. Esquema



Fuente: *Elaboración Propia*

Se aplica la Primera Ley de la Termodinámica, para realizar el balance de energía en el fluido de producto, que corresponde a la masa de control en color naranja.

$$E_{entrada} - E_{salida} = \frac{dE_{cv}}{dt}$$

$$Q - W + m_i \cdot \left(h_i + \frac{v_i^2}{2} + g \cdot z_i \right) - m_i \cdot \left(h_i + \frac{v_i^2}{2} + g \cdot z_i \right) = \frac{dE_{cv}}{dt}$$

$$W_{in} + Q_{in} - Q_{out} = \frac{dU}{dt}$$

Pero se tiene que:

$$Q_{out} = 0 \quad ; \quad dU = m \cdot C_p \cdot dT \quad ; \quad Q_{in} = U \cdot A \cdot \Delta T$$

Entonces:

$$W_{in} + U \cdot A \cdot \Delta T = m \cdot C_p \cdot \frac{dT_{tub}}{dt}$$

$$W_{in} + U \cdot A \cdot (T_{sat} - T_c) = m \cdot C_p \cdot \frac{dT_{tub}}{dt}$$

Se hace el siguiente cambio de variables:

$$\theta = (T_{sat} - T_c)$$

$$d\theta = -dT_c$$

Reemplazando en la ecuación:

$$W_{in} + U \cdot A \cdot \theta = m \cdot C_p \cdot \frac{d\theta}{dt}$$

$$-\left(\frac{U \cdot A}{m \cdot C_p} \right) \cdot \theta - \frac{W_{in}}{m \cdot C_p} = \frac{d\theta}{dt}$$

Se integra entre los límites superior e inferior

$$-\frac{U \cdot A}{m \cdot Cp} \int_0^t dt = \int_{\theta_i}^{\theta} \frac{d\theta}{\theta + \frac{W_{in}}{U \cdot A}}$$

$$-\frac{U \cdot A}{m \cdot Cp} \cdot t = \ln \left(\frac{\theta + \frac{W_{in}}{U \cdot A}}{\theta_i + \frac{W_{in}}{U \cdot A}} \right)$$

Reemplazando los valores de θ :

$$-\frac{U \cdot A}{m \cdot Cp} \cdot t = \ln \left(\frac{T_{sat} - T_c + \frac{W_{in}}{U \cdot A}}{T_{sat} - T_{c,i} + \frac{W_{in}}{U \cdot A}} \right)$$

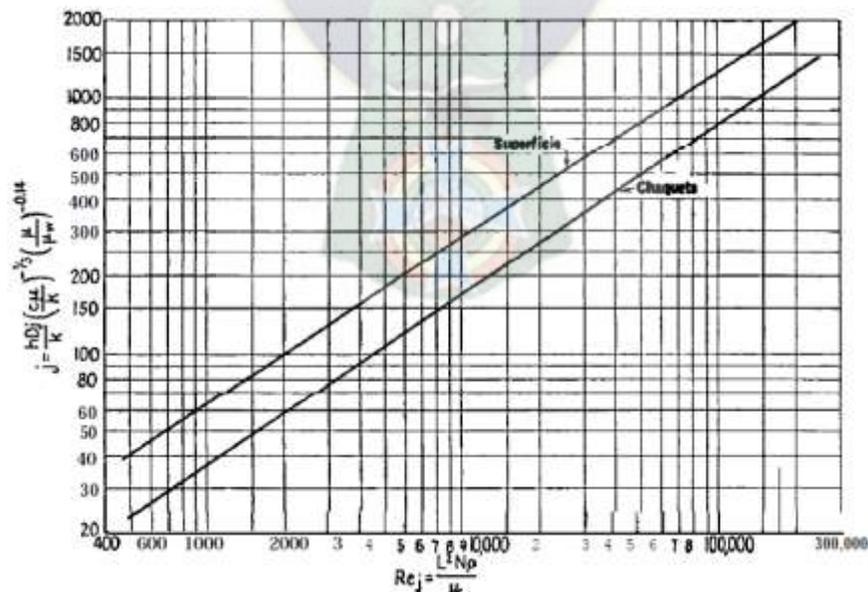
$$A = -\frac{U \cdot t}{m \cdot Cp} \cdot \ln \left(\frac{T_{sat} - T_c + \frac{W_{in}}{U \cdot A}}{T_{sat} - T_{c,i} + \frac{W_{in}}{U \cdot A}} \right) \dots \dots (\phi)$$

5.4.2. CALCULO DEL COEFICIENTE GLOBAL DE TRANSFERENCIA DE CALOR

Para el diseño se tiene la ecuación:

$$J = \frac{h_i \cdot D_t}{k} \cdot \left(\frac{C \cdot \mu}{k} \right)^{-\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{-0,14}$$

Del gráfico 21 se obtiene el valor de “j” con el número de Reynolds del tanque y se calcula “hi”.



Gráfica 23: Coeficientes de transferencia de calor para chaquetas y serpentines

Fuente: *Procesos de Transferencia de Calor* (Kern, 1999)

Con el número de Reynolds se obtiene un valor $J=1750$; posteriormente se calcula el coeficiente convectivo interno de transferencia de calor, sea la ecuación:

$$h_i = J \cdot \frac{k}{D_t} \cdot \left(\frac{C \cdot \mu}{k} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14}$$

Donde para una temperatura de 50°C:

$$\mu = 4,9 \cdot 10^{-4} [Pa \cdot s] \quad ; \quad D_t = 0,4091 [m]$$

$$k = 0,140 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right] \quad ; \quad C = 0,49 \left[\frac{cal}{g \cdot ^\circ C} \right] = 2050,16 \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$$

Se asume que $\mu_w = \mu$, además k es la conductividad térmica (Rober Perry , 1999) y C es la capacidad calorífica (Geankoplis, 1998). Reemplazando en la ecuación:

$$h_i = 1750 \cdot \frac{0,140}{0,4091} \cdot \left(\frac{2050,16 \cdot 4,9 \cdot 10^{-4}}{0,140} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot (1)^{0,14}$$

$$h_i = 1155,11 \left[\frac{W}{m^2 \cdot K} \right]$$

Para el vapor de agua en la tubería se tiene:

$$\frac{h_e \cdot D_e}{k} = a \cdot \left(\frac{D_s \cdot v \cdot \rho}{\mu_v} \right)^b \cdot \left(\frac{C_v \cdot \mu}{k} \right)^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^m$$

Donde:

$$Pr = \frac{C_v \cdot \mu}{k} \quad (\text{Número de Prandtl})$$

$$b = \frac{2}{3} \quad ; \quad m = 0,14$$

Para el valor de “a” se utiliza la siguiente figura:

Figura 44. Constantes de transferencia de calor para impulsores

Impeller	A	B
Propeller	0.46	1.4
45° turbine	0.61	1.4
Disc turbine	0.87	1.4
Retreat curve	0.33	0.87
Anchor	0.33	
Intermig	0.54	

Fuente: Manual de diseño de procesos por lotes, Agitación (Sharrat, 1997)

Para la transferencia de calor desde un serpentín interno, la constante usada será B, dependiendo del tipo de impulsor, en este caso usamos una turbina inclinada a 45°, por lo que “a”, sería 1,4. Reemplazando los valores de las constantes, (Geankoplis, 1998), se tiene:

$$h_e = \frac{k_v}{D_e} 1,4 \cdot \left(\frac{D_s \cdot v \cdot \rho}{\mu_v} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot (Pr)^{\frac{1}{3}} \cdot \left(\frac{\mu}{\mu_w} \right)^{0,14}$$

Además, se tiene los siguientes datos del diámetro externo y vapor de agua a 90°C (Cengel, 2007).

$$D_e = 0,0267 [m]$$

$$k = 0,0240 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$$

$$\rho = 0,4235 \left[\frac{kg}{m^3} \right]$$

$$Cp = 1993 \left[\frac{J}{kg \cdot K} \right]$$

$$\mu = 1,193 \cdot 10^{-5} \left[\frac{kg}{m \cdot s} \right]$$

$$Pr = 1$$

$$\Delta H_v = 2283 \left[\frac{J}{kg} \right]$$

Reemplazamos todos los datos en la ecuación asumiendo $v = 0,5$ m/s y se tiene:

$$h_e = \frac{0,0240}{0,0267} \cdot 1,4 \cdot \left(\frac{0,0267 \cdot 0,5 \cdot 0,4235}{1,193 \cdot 10^{-5}} \right)^{\frac{2}{3}} \cdot (1)^{\frac{1}{3}} \cdot (1)^{0,14}$$

$$h_e = 30,797 \left[\frac{W}{m^2 \cdot K} \right]$$

El coeficiente de transferencia global sin obstrucciones:

$$\frac{1}{U_{SO}} = \frac{1}{h_i} + \frac{1}{h_e}$$

$$U_{SO} = \frac{h_i \cdot h_e}{h_i + h_e}$$

$$U_{SO} = \frac{1155,11 \cdot 30,797}{1155,11 + 30,797}$$

$$U_{SO} = 29,99 \left[\frac{W}{m^2 \cdot K} \right]$$

Calculando el coeficiente global con obstrucción:

$$\frac{1}{U_{CO}} = \frac{1}{U_{SO}} + R_D$$

$$\frac{1}{U_{CO}} = \frac{1 + R_D \cdot U_{SO}}{U_{SO}}$$

$$U_{CO} = \frac{U_{SO}}{1 + U_{SO} \cdot R_D}$$

Para vapor de agua el valor de obstrucción a altas temperaturas (>40°C) es 0,00025 [m²-K/W], entonces:

$$U_{CO} = \frac{29,99}{1 + 29,99 \cdot 0,00025} \rightarrow U_{CO} = 29,77 \left[\frac{W}{m^2 \cdot K} \right]$$

Cálculo de la masa total de carga:

$$m = m_{Ac.E} + m_{loc}$$

$$m = \rho \cdot V + m_{loc}$$

$$m = 0,902 \cdot 54 + 5,37$$

$$m = 54,08 \text{ kg}$$

Reemplazando en la ecuación (Φ):

$$A = -\frac{m \cdot Cp}{U \cdot t} \cdot \ln \left(\frac{T_{sat} - T_f + \frac{W_{in}}{U \cdot A}}{T_{sat} - T_0 + \frac{W_{in}}{U \cdot A}} \right)$$

$$A_s = -\frac{54,08 \cdot 2050,16}{28,69 \cdot 900} \cdot \ln \left(\frac{90 - 50 + \frac{29,05}{28,69 \cdot A_s}}{90 - 18 + \frac{29,05}{28,69 \cdot A_s}} \right)$$

Con lo cual el área del serpentín será:

$$A_{serpentin} = 2,388 \text{ [m}^2\text{]}$$

El calor necesario para calentar la carga es:

$$Q = U \cdot A \cdot \Delta T_L$$

$$\Delta T_L = \frac{T_f - T_i}{\ln \left(\frac{T_{sat} - T_i}{T_{sat} - T_f} \right)}$$

$$\Delta T_L = \frac{50 - 18}{\ln \left(\frac{90 - 18}{90 - 50} \right)} \rightarrow \Delta T_L = 54,44 \text{ [K]}$$

La transferencia de calor es:

$$Q = U \cdot A \cdot \Delta T_L$$

$$Q = 28,69 \cdot 1,893 \cdot 54,44 \rightarrow Q = 3870,79 [W]$$

Pero el calor también se calcula:

$$Q = \rho \cdot v \cdot A \cdot \Delta H_v$$

$$v = \frac{Q}{\rho \cdot A \cdot \Delta H_v} = \frac{3870,79}{0,4235 \cdot 2,388 \cdot 2283}$$

$$v = 1,61 \frac{m}{s}$$

Que es diferente a la velocidad de vapor dada, por lo tanto, se varía hasta que ambas velocidades sean iguales ($v = 7,1 \text{ m/s}$), entonces se tiene:

$$A = 0,391 \text{ m}^2$$

5.4.3. DIMENSIONES DEL SERPENTIN

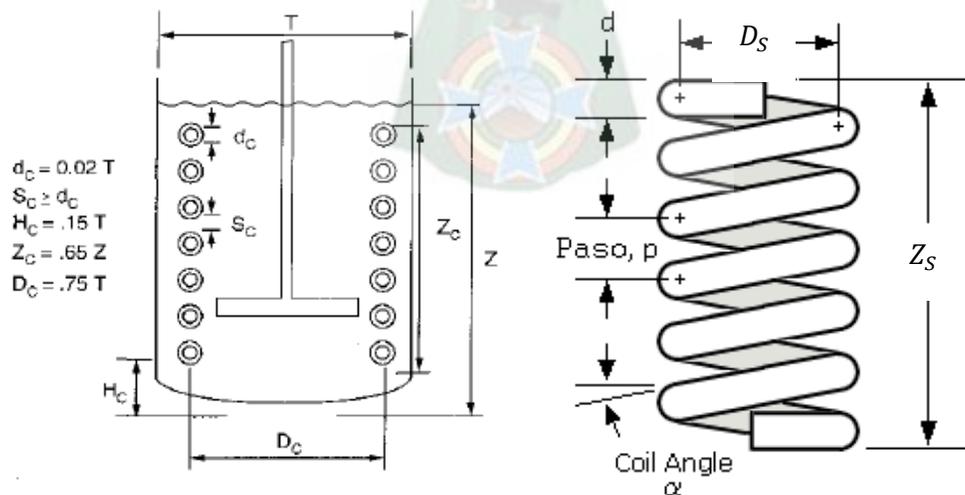
El material será acero inoxidable calibre 80 ASTM A-53, tomando un diámetro de $\frac{3}{4}$ pulgadas, con lo cual el diámetro externo es: $d = 26,7 \text{ [mm]}$. Con el área se puede calcular la longitud que deberá tener el serpentín:

$$A = \pi \cdot L \cdot d$$

$$L_s = \frac{A}{\pi \cdot d} = \frac{0,391}{\pi \cdot 0,0267} \rightarrow L_s = 4,661 \text{ [m]}$$

Además, se tienen otros parámetros:

Figura 45. Dimensiones de un serpentín helicoidal



Fuente: *Handbook of Industrial Mixing Science and Practice* (Atiemo-Obeng, 2004)

Por lo tanto:

$$Z_s = 0,65 \cdot Z = 0,65 \cdot 0,4091 \rightarrow Z_s = 0,2659 [m]$$

$$D_s = 0,75 D_t = 0,75 \cdot (0,4091 - 2 \cdot 0,0082 - 2 \cdot 0,034) \rightarrow D_s = 0,243 [m]$$

Además

$$\pi \cdot D \cdot N = L$$

$$N = \frac{L}{\pi \cdot d} = \frac{4,661}{\pi \cdot 0,243} = 6,09 \cong 6 \text{ espirales}$$

Pero:

$$Z_s = N \cdot p + d$$

N = Número de espirales

p = paso del serpentín

d = diámetro de la tubería

$$p = \frac{Z_s - d}{N} = \frac{0,2659 - 0,0267}{6} \rightarrow p = 0,0398[m]$$

Para calcular el ángulo:

$$\alpha = \tan^{-1} \left(\frac{p}{\pi \cdot D_s} \right) = \tan^{-1} \left(\frac{0,0342}{\pi \cdot 0,243} \right)$$

$$\alpha = 2,98^\circ$$

Las dimensiones finales para el serpentín son:

Tabla 36. Dimensiones finales del Serpentín Helicoidal

Dimensión	Valor Final
Número de espirales [N]	6
Paso del Serpentín [p]	0,0398 [m]
Altura del Serpentín [Z _s]	0,2659 [m]
Diámetro del Serpentín [D _s]	0,2430 [m]
Angulo de espirales	2,98°
Longitud del serpentín [L _s]	4,661 [m]

Fuente: *Elaboración Propia*

5.5. RECOMENDACIÓN DEL MATERIAL DE CONSTRUCCIÓN

Para la construcción del taque agitado y sus componentes se recomienda utilizar acero inoxidable 304, que se utiliza comúnmente en equipos químicos de procesos, así como también equipos de proceso en el manejo de alimentos e intercambiadores de calor.

Tabla 37. Datos técnicos Acero Inoxidable 304

Tipo ASTM (AISI)	304
Composición Química	C% 0,08 Máx. Mn % 2,00 Máx. Si % 1,00 Máx Cr % 18,00 – 20,00 Ni % 8,00 – 10,50
Conductividad térmica	19
Resistencia Máxima a la tensión (psi)	12545,52
Temperatura de operación °C	20 – 400
Tasa de corrosión (mm/año)	Resistente

Fuente: *Handbook of corrosión – Craig D, Anderson*
Tablas del acero inoxidable- Irestal Group

Cálculo del espesor de las paredes y base del tanque agitado se utiliza la siguiente ecuación extraída del código ASME para carcasas cilíndricas:

$$e = \frac{P_d \cdot r}{(S \cdot E) - 0,6 \cdot P} + C_1$$

Donde:

P_d = Presión del diseño en PSI

r = Radio interno en pulgadas

S = Tensión máxima admisible en psi.

E = Factor de soldadura = 0,85

C_1 = Sobre espesor de corrosión y construcción (0,5)

Se utilizan valores de presión atmosférica y gravedad en la ciudad de La Paz, la presión de diseño resulta:

$$P_d = P_{atm} + P_{hidr}$$

$$P_{hidr} = \rho_{fluido} \cdot H \cdot g$$

$$P_{hidr} = 955,51 \cdot 0,4091 \cdot 9,78 = 3822,99 \frac{N}{m^2} = 28,67 \text{ mmHg}$$

$$P_d = 495 + 28,67 = 523,67 \text{ mmHg}$$

$$P_d = 10,12 \text{ psi}$$

A este valor se aplica un 20% por seguridad:

$$P_d = 10,12 \cdot 1,2$$

$$P_d = 12,15 \text{ psi}$$

Calculando el espesor, $r = 8,053 \text{ in}$:

$$e = \frac{12,15 \cdot 8,053}{(12545,52 \cdot 0,85) - 0,6 \cdot 12,15} + 0,5 \text{ (mm)}$$

$$e = 0,00918 \text{ in} + 0,5 \text{ mm}$$

$$e = 0,2332 + 0,5$$

$$e = 0,733 \text{ [mm]} \cong 1 \text{ mm}$$

5.6. CALCULO PARA EL ESPESOR DEL AISLANTE

Para determinar el comportamiento del aislante en la chaqueta se calcula el radio crítico con la siguiente ecuación para una pérdida máxima de calor (Kern, 1999):

$$r_c = \frac{k}{h}$$

Donde:

k = conductividad térmica del aislante [$\text{W}/\text{m}^2\text{°C}$]

h = coeficiente externo de transferencia de calor por convección [$\text{W}/\text{m}^2\text{°C}$]

El tipo de aislante térmico a utilizar es fibra de vidrio, cuya conductividad térmica (Cengel, 2007) es:

$$k = 0,038 \left[\frac{\text{W}}{\text{m} \cdot \text{°C}} \right]$$

Calculando el coeficiente de convección externa se tiene:

$$Nu = \frac{h_{\text{aire}} \cdot d}{k_{\text{aire}}}$$

Para calcular el Número de Nusselt se tiene:

$$Nu = \left\{ 0,6 + \frac{0,387 \cdot Ra^{\frac{1}{6}}}{\left[1 + \left(\frac{0,559}{Pr} \right)^{\frac{9}{16}} \right]^{\frac{8}{27}}} \right\}^2$$

Se calcula el número de Rayleigh con la siguiente ecuación:

$$Ra = \frac{g \cdot \beta \cdot (T_s - T_\infty) \cdot L_c^3}{\nu^2} \cdot Pr$$

Donde:

T_∞ = Temperatura del fluido en reposo alejado de la pared

T_s = Temperatura de la superficie (se asume 40°C)

$L_c = 0,7212$ m

Y las propiedades del aire deben evaluarse a la temperatura de película:

$$T_f = \frac{1}{2} \cdot (T_s - T_\infty) = \frac{1}{2} \cdot (40 + 15) = 27,5^\circ C$$

$$k = 0,0257 \left[\frac{W}{m \cdot K} \right]$$

$$Pr = 0,7289$$

$$\nu = 1,585 \cdot 10^{-5} \left[\frac{m^2}{s} \right]$$

$$\beta = \frac{1}{27,5 + 273,15} = 0,00332613 \left[\frac{1}{K} \right]$$

Reemplazando los datos se tiene:

$$Ra = \frac{9,81 \cdot 0,00327172 \cdot (313,15 - 288,15) \cdot 0,7212^3}{1,585 \cdot 10^{-5}^2} \cdot 0,7275$$

$$Ra = 22490648,99$$

Reemplazando en la ecuación de Nu:

$$Nu = \left\{ 0,6 + \frac{0,387 \cdot 22490648,99^{\frac{1}{4}}}{\left[1 + \left(\frac{0,559}{0,7289} \right)^{\frac{9}{16}} \right]^{\frac{8}{27}}} \right\}^2$$

$$Nu = 72,91$$

Calculando el h_{aire} :

$$h_{aire} = \frac{Nu \cdot k_{aire}}{d} = \frac{72,91 \cdot 0,0257}{0,4111} \rightarrow h_{aire} = 4,558 \left[\frac{W}{m^2 K} \right]$$

$$r_c = \frac{k}{h} = \frac{0,038}{4,558} \rightarrow r_c = 0,00833 [m] = 8,738 [mm]$$

Como el radio critico es menor que el radio del tanque la transferencia de calor disminuirá al implementar el aislante. Sin embargo, para encontrar el radio del aislante se debe conocer la temperatura en la superficie del tanque ($k_{\text{acero}} = 16,3 \text{ W/m} \cdot \text{K}$)

$$A_{int} = 2 \cdot \pi \cdot r_{int} \cdot L = 2 \cdot \pi \cdot \frac{0,4091}{2} \cdot 0,7212 \rightarrow A_{int} = 0,9269 \text{ m}^2$$

$$A_{ext} = 2 \cdot \pi \cdot r_{ext} \cdot L = 2 \cdot \pi \cdot \frac{0,4091 + 0,001}{2} \cdot 0,7212 \rightarrow A_{ext} = 0,9314 \text{ m}^2$$

$$R_i = \frac{1}{1155,11 \cdot 0,9269} = 9,34 \cdot 10^{-4} \left[\frac{\text{K}}{\text{W}} \right] ; \quad R_e = \frac{1}{4,558 \cdot 0,9314} = 0,2355 \left[\frac{\text{K}}{\text{W}} \right]$$

$$R_1 = \frac{\ln\left(\frac{r_{int}}{r_{ext}}\right)}{2 \cdot \pi \cdot k \cdot L_c} = \frac{\ln\left(\frac{0,4111}{0,4091}\right)}{2 \cdot \pi \cdot 16,3 \cdot 0,7212} \rightarrow R_1 = 6,602 \cdot 10^{-5} \left[\frac{\text{K}}{\text{W}} \right]$$

$$Q = \frac{T_{\infty 1} - T_{\infty 2}}{R_{tot}} = \frac{(50 + 273,15) - (15 + 273,15)}{9,34 \cdot 10^{-4} + 0,2355 + 6,602 \cdot 10^{-5}} \rightarrow Q = 135,28 \text{ [W]}$$

Para la temperatura en la Superficie:

$$Q = \frac{T_{sup} - T_{\infty 2}}{R_1 + R_e} \rightarrow 135,28 = \frac{T_{sup} - (15 + 273,15)}{6,602 \cdot 10^{-5} + 0,2355}$$

$$T_{sup} = 322,9 \text{ K} = 49,7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Se vuelve a reemplazar usando la temperatura de superficie, hasta que ambas sean iguales, entonces se obtiene:

$$Ra = 1145794500,91 ; \quad Nu = 121,27 ; \quad h_{aire} = 7,699 \left[\frac{\text{W}}{\text{m}^2 \text{K}} \right]$$

$$T_{sup} = 322,9 \text{ K} = 49,7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

Para la transferencia de calor se varía el radio del aislante en la siguiente ecuación:

$$Q = \frac{T_s - T_{\infty}}{\frac{\ln\left(\frac{r_{aislante}}{r_i}\right)}{2 \cdot \pi \cdot l \cdot k} + \frac{1}{2\pi \cdot l \cdot h \cdot r_{aislante}}}$$

Donde:

T_s = Temperatura de la carga en el tanque ($49,7^\circ\text{C}$)

T_{∞} = Temperatura del ambiente (aire a 15°C)

$r_{aislante}$ = Radio del aislante (Superior al radio del tanque)

r_i = Radio del tanque

l = altura del tanque de extraccion

k = conductividad del aislante (fibra de v. = $0,038 \left[\frac{\text{W}}{\text{m}^\circ\text{C}} \right]$)

$$h = \text{coeficiente convectivo del aire} \left[\frac{W}{m^2 \cdot C} \right]$$

Para el cálculo del espesor del aislante “e”:

$$e = r_{\text{aislante}} - r_t$$

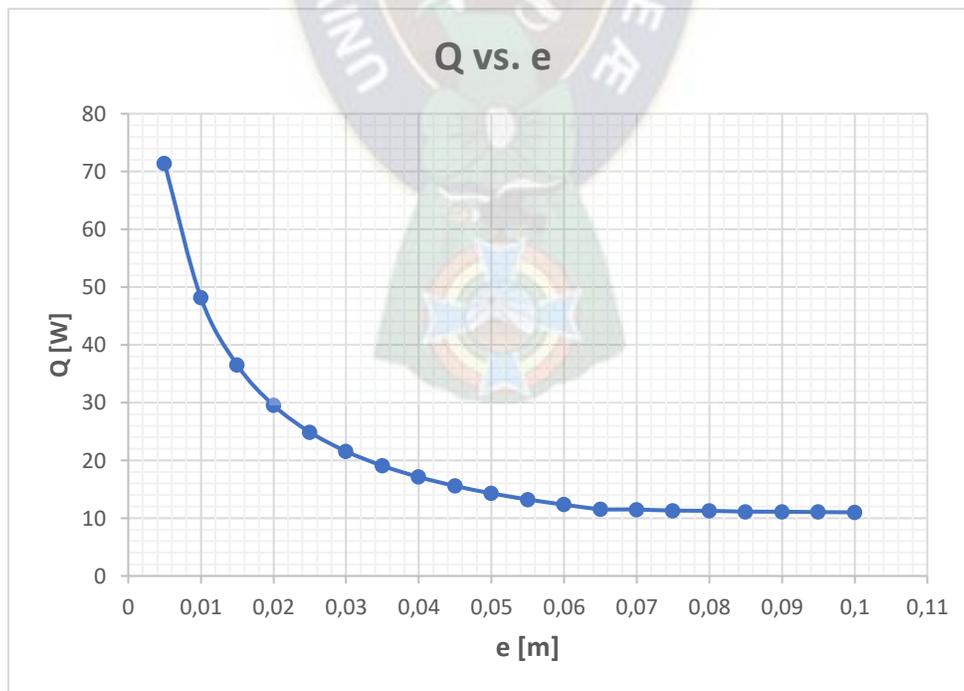
Calculando se tiene:

Tabla 38. Cálculo para el espesor del aislante

Rais	Espesor [m]	Q [W]	Rais	Espesor [m]	Q [W]
0,211	0,005	71,392	0,261	0,055	13,237
0,216	0,01	48,144	0,266	0,06	12,339
0,221	0,015	36,518	0,271	0,065	11,567
0,226	0,02	29,541	0,276	0,07	11,499
0,231	0,025	24,888	0,281	0,075	11,313
0,236	0,03	21,563	0,286	0,08	11,276
0,241	0,035	19,068	0,291	0,085	11,135
0,246	0,04	17,126	0,296	0,09	11,123
0,251	0,045	15,571	0,301	0,095	11,052
0,256	0,05	14,299	0,306	0,1	10,909

Fuente: *Elaboración Propia*

Graficando:



Gráfica 24. Transferencia de calor respecto al espesor del aislante

Fuente: *Elaboración Propia*

Se observa que para un espesor del aislante mayor a 0,06 [m], no existe un cambio significativo en el flujo de calor.

$$e_{ais} = 6 [cm]$$

5.7. CANTIDAD DE MATERIA PRIMA REQUERIDA

Se realizan cálculos tanto para locoto como para arivivi:

- Para Locoto:

$$V = 20 g_{Cap} \cdot \frac{1000 mg_{Cap}}{1 g_{Cap}} \cdot \frac{100 g_{Locoto Seco}}{372 mg} \cdot \frac{1 kg}{1000 g} = 5,376 kg_{locoto seco}$$

$$5376,34 g_{locoto seco} \cdot \frac{100 g_{locoto fresco}}{9,24 g_{locoto seco}} \cdot \frac{1 kg}{1000 g} = 58,18 kg_{locoto fresco}$$

La cantidad de locoto requerida es:

$$58185,54 g_{locoto fresco} \cdot \frac{1 locoto}{3,74 g_{locoto fresco}} = 15557,63 locotos$$

$$\# locotos = 15558$$

- Para Arivivi

$$V = 20 g_{Cap} \cdot \frac{1000 mg_{Cap}}{1 g_{Cap}} \cdot \frac{100 g_{Arivivi Seco}}{672,5 mg} \cdot \frac{1 kg}{1000 g} = 2,974 kg_{Arivivi seco}$$

$$2973,98 g_{Arivivi} \cdot \frac{100 g_{Arivivi fresco}}{12,27 g_{Arivivi seco}} \cdot \frac{1 kg}{1000 g} = 24,24 kg_{Arivivi fresco}$$

La cantidad de arivivi requerida es:

$$24237,79 g_{Arivivi fresco} \cdot \frac{1 Arivivi}{0,43 g_{Arivivi fresco}} = 56366,96 Arivivis$$

$$\# Arivivis = 56367$$

The logo of Universidad Mayor Pacensis Divi Andree is a circular emblem. The top arc contains the text 'UNIVERSITAS MAJOR PACENSIS DIVI ANDREE'. The central part of the emblem depicts a landscape with a sun rising over mountains and a body of water. Below the landscape is a shield with a cross and other heraldic symbols.

Capítulo 6

Conclusiones

CAPITULO 6

6. CONCLUSIONES Y RESULTADOS

6.1. CONCLUSIONES

En el presente proyecto en base a los resultados obtenidos, y objetivos propuestos se concluye que:

De la caracterización de la materia prima se determina que:

- Ambas especies poseen:
Locoto (Humedad 90,76%, Cenizas 0,54%, materia grasa 0,8 %, fibra cruda 2,60%, Proteínas 1,60 % e hidratos de carbono 3,70 %).
Arivivi (Humedad 87,73%, Cenizas 0,67%, materia grasa 0,5 %, fibra cruda 2,43%, Proteínas 2,07 % e hidratos de carbono 6,60 %)
- En el screening fitoquímico, se tiene un alto contenido de alcaloides (capsaicinoides), así como también compuestos fenólicos, taninos, triterpenos, flavonoides, cumarinas y aceites no volátiles.

De las pruebas preliminares:

- Se observa que el disolvente más adecuado es acetato de etilo por su alto rendimiento en la extracción de capsaicinoides.
- Se determina que las variables más influyentes en el proceso de extracción de capsaicinoides son: Temperatura (25°C – 50°C), Relación: Disolvente/Soluto (5/1 – 20/1), Tamaño de partícula (0.210 mm), Tiempo (30min - 90 min) en Locoto y de (1 – 4) Hrs. en Arivivi, además, la Velocidad de agitación es (200 rpm).

De las variables de mayor influencia:

- Se observa mediante el Design Expert que el diseño experimental factorial es 2³ con una correlación R – Squared de 0,96 de ajuste lineal en Arivivi y 0,92 en Locoto.
- Se establecen las condiciones óptimas de operación para el proceso de extracción de capsaicinoides:

Para Locoto: Temperatura (50°C), Relación: Disolvente/Soluto (10/1) y un tiempo de 90 minutos y 372 mg / 100 g MS.

Para Arivivi: Temperatura (50°C), Relación: Disolvente/Soluto (10/1) y un tiempo de 3 Hrs y 671 mg / 100 g MS.

La ecuación ajustada para la determinación del rendimiento en condiciones óptimas es:

Para Locoto:

$$\eta_{Cap.} = 6,57 + 0,16 \cdot T + 0,10 \cdot t + 1,05 \cdot R - 9,9 \cdot 10^{-3} \cdot T \cdot R - 4,6 \cdot 10^{-3} \cdot t \cdot R$$

Para Arivivi:

$$\eta_{Cap.} = 23,50 + 0,13 \cdot T + 1,04 \cdot t + 0,29 \cdot R - 0,044 \cdot T \cdot t - 0,012 \cdot T \cdot R - 0,015 \cdot t \cdot R + 6,2 \cdot 10^{-3} \cdot T \cdot t \cdot R$$

De la caracterización del producto

- Se realiza la separación de los capsaicinoides mediante Cromatografía de columna, utilizando como fase móvil éter de petróleo (20-60) y acetato de etilo, en una proporción (60:40) y la fase estacionaria Gel de Sílice.
- Se identifican los capsaicinoides por Cromatografía de capa Fina (TLC) y por espectrofotometría UV – Vis. A una longitud de onda con un rango de 279 - 284 nm.

Del diseño del equipo:

- Se establece que para la obtención de 20 g de capsaicinoides, se requiere en el caso del locoto un tanque de 54 [l] de volumen y 5,37 kg de Locoto, el mismo diseño se puede usar para el Arivivi, con la diferencia que se necesitan 2,97 kg de materia prima seca y molida. El tanque tiene las siguientes características:

D _t (Diámetro del Tanque)	0,4091 [m]
H _t (Altura del Tanque)	0,7212 [m]
J (Espesor de los deflectores)	0,0340 [m]
D _a (Diámetro del Agitador)	0,1963 [m]
W (Altura de las Aspas)	0,0196 [m]
E (Altura Agitador sobre el Fondo)	0,1363 [m]
D _e (Diámetro del Eje)	0,01 [m]
Espacio (Placa – Tanque)	0,0082 [m]
N _{Re}	204211,96
P	29,05 [W]

- Como sistema de calefacción se hizo el diseño de un serpentín vertical a lo largo de la columna con las siguientes características:

Número de espirales [N]	6
Paso del Serpentín [p]	0,0398 [m]
Altura del Serpentín [Z _s]	0,2659 [m]
Diámetro del Serpentín [D _s]	0,2430 [m]
Angulo de espirales	2,98°
Longitud del serpentín [L _s]	4,661 [m]

6.2. RECOMENDACIONES

- Se recomienda realizar un estudio fenomenológico, para identificar y cuantificar otros principios activos, teniendo en cuenta que existe la presencia de varios compuestos además de los capsaicinoides.
- Realizar más estudios para una separación completa de cada Capsaicinoide.
- Realizar una investigación en la producción a gran escala para el proceso de extracción en sus diferentes etapas a nivel Bench y planta piloto.



Bibliografia

- Agarwald, P. (2017). Antimicrobial property of capsaicin. *International Research Journal of Biological Sciences*, 7 -11.
- Atiemo-Obeng, K. (2004). *Handbook of industrial mixing Science and Practice* . Hoboken, New Jersey: Wiley.
- ASME. (2001). *Diseño Mecánico de recipientes a presión, sección VII* . New York.
- Atiemo-Obeng, K. (2004). *Handbook of industrial mixing Science and Practice* . Hoboken, New Jersey: Wiley.
- Calle C., M. J. (2012). El Ají y El Maní: Su Contribución en la Generación de Ingresos en Padilla, Chuquisaca. *Fundación PROINPA*. Sucre.
- Cázares Sanchez, R. V. (2005). Capsaicinoids and preference of use in different morph types of chili peppers. *Agrociencia*, 627 - 638.
- Cengel. (2007). *Transferencia de calor y masa*. Mexico: McGraw Hill.
- Data Research Analyst, Worldofchemicals.com. (2017). *World of Chemicals*. Obtenido de Word of Chemicals: <https://www.worldofchemicals.com/162/chemistry-articles/chemistry-of-superhot-chillies.html>
- Doran, P. (2013). *Bioprocess Engineering Principles*. New York: Elsevier Ltd.
- Elena Barge, S. A. (08 de octubre de 2012). *Etudio Teórico Experimental de la Agitación*. Obtenido de Scribd:
- Enkelejda, E. C. (2013). Application and Comparison of three extraction methods of capsaicin from capsicum fruits. *Albanian Journal of Pharmaceutical Sciences*
- Ettenberg, J. (19 de Julio de 2018). *LEGAL NOMADS*. Obtenido de <https://www.legalnomads.com/history-chili-peppers/>
- FAO, J. E. (2008). *World Helath Organization*. Obtenido de <http://apps.who.int/food-additives-contaminants-jecfa-database/chemical.aspx?chemID=5866>
- FAOSTAT. (2012). *FAOSTAT*. Obtenido de Food and Agriculture Organization of the United Nations : <http://faostat.fao.org/site/339/default.aspx>
- Geankoplis, C. (1998). *Procesos de Transporte y Operacions Unitarias*. México: Continental S.A. de C. V. México.
- Hernandez, D. S. (2009). *Recopilación y análisis existente de las especies del género Capsicum*. Sinaloa, México: INIFAP.
- Kayode, C. (2001). *Modeling of Chemical Kinetics and Reactor Design*. Houston, Texas: Gulf Professional Publishing.
- Kern. (1999). *Procesos de Transferecnia de Calor*. México: Continental S.A.

- *KNOW. Enciclopèdia Temàtica*. (s.f.). Obtenido de KNOW. Enciclopedia Temàtica: <http://know.net/es/ciencias-tierra-vida/biologia-es/espectro-de-absorcion/>
- Krishna, A. (2003). *The Genus Capsicum*. New York: Taylor & Francis.
- María Reyes, E. G. (2011). Chemical and Pharmacological Aspects of Capsaicin. *Molecules*, 1253-1270.
- Marleni Ramírez, C. M. (2014). Catalogo de ajíes nativos. *Biodiversity International*, 43-51.
- Matthias Jagger, A. J. (2014). *La cadenas de valor en los ajíes nativos de Bolivia*. Sucre, Bolivia: Biodiversity International.
- Mc.Leod. (1982). Early evolution of chili peppers (Capsicum). York .
- McCabe, & Smith. (1968). *Operaciones Básicas de Ingeniería Química*. Málaga, España: Reverte.
- MERCOLA. (12 de 2 de 2012). *MERCOLA Take control of your Health*. Obtenido de MERCOLA Take control of your Health: <https://articles.mercola.com/vitamins-supplements/capsaicin.aspx>
- Norton. (2010). *Machine design an Integrated Aproach*. New Jersey, United States: Pearson.
- Penny, W. R. (1970). *Guide to trouble free mixers*. Washington.
- Perry, R. (1999). *Manual del Ingeniero Químico*. Kansas: McGraw-Hill.
- *Plantas y Hortalizas*. (31 de 08 de 2009). Obtenido de <http://plantasyhortalizas.blogspot.com/2009/08/rocoto-o-locoto-capsicum-pubescens.html>
- Pulido, H. G. (2008). *Análisis y Diseño de experimentos* . Mexico: McGraw - Hill.
- Plangiero, F. (2015). *BIOMODEL*. Obtenido de BIOMODEL: <http://biomodel.uah.es/tecnicas/crom/inicio.htm>
- PROINPA. (2007). Fundación para la promoción e Investigación de Productos Andinos. *Catálogo de ajíes de ecotipos conservados en campos de agricultores*. Obtenido de PROINPA.
- Ruben Salas, M. v. (2007). Fundación para la promoción e Investigación de Productos Andinos. *Catálogo de ajíes de ecotipos conservados en campos de agricultores*. Obtenido de PROINPA.
- Sanchez. (2007). *Técnicas Cromatográficas*. Universidad Nacional Autonoma de México.
- Schaller, C. (18 de 12 de 2013). *LibreTexts*. Obtenido de Chemistry: https://chem.libretexts.org/Ancillary_Materials/Demos%2C_Techniques%2C_and_Experiments/General_Lab_Techniques/Acid-Base_Extraction

- Sharrat. (1997). *Handbook of batch process Design*. Manchester U.K.: Champan & Hall.
- SENA. (2009). *Introduccion a la Industria de los Aceites Esenciales*. Bogota, Colombia: Incubar.
- Silvertein R.M. Morril. T.C. (s.f.).
- Skoog. (2008). *Principios de Analisis Instrumental*. México D.F.: CENGAGE.
- Suzuki T., I. K. (1984). Constituents of red pepper spices: Chemistry, biochemistry, pharmacology and food science of the pungent principles of Capsicum Species. En *The alkaloids: Chemistry ad Pharmacology VOL XXIII* (págs. 227-229). New York.
- Treybal. (1995). *Operaciones de Transferencia de Masa*. México: McGraw Hill.
- U.S. National Library of Medicine. (2004). *PubChem*. Obtenido de PubChem: <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Capsaicin#section=Information-Sources>
- Underwood, D. (1989). *Química Analítica Cuantitativa*. México D.F.: Englewood Cliffs.
- Uribe, A. (2012). Agitación y Mezclado. *Revista enlace Químico*, 22 - 29.
- Uribe, V. (2013). *Diseño y Cálculo de un Agitador de fluidos*. Santiago.
- *Wikipedia la Enciclopedia Libre*. (26 de junio de 2018). Obtenido de <https://en.wikipedia.org/wiki/Capsaicin>
- Y.H.Yui. (2010). *Handbook of fruit and vegetable flavors*. Hoboken, new Jersey: Wiley.

Anexos

ANEXO A – NORMAS BOLIVIANAS

CEREALES - QUINUA EN GRANO - DETERMINACIÓN DE HUMEDAD

NB 312026

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto determinar el contenido de los granos de quinua.

2. DEFINICION

Se entiende por contenido por contenido de humedad a la pérdida de masa sufrida por el producto cuando es elevado al equilibrio con una atmósfera que tiene una presión de vapor de agua nula y condiciones tales que no ocurran reacciones interferentes.

3. METODO DE ENSAYO

3.1. Aparatos

- Pesafiltros con tapadera
- Balanza analítica de precisión con sensibilidad al 0,1 mg.
- Estufa con regulador de temperatura.
- Desecador.

4. PROCEDIMIENTO

- El pesafiltros y su tapa se calientan a $130\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ durante 30 min. Se enfría en el desecador y se pesa.
- En el pesafiltros tarado, se pesan 5 a 10 g de la muestra y se coloca destapado dentro de la estufa, así como la tapa del mismo.
- Se eleva la temperatura de la estufa $130\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$, manteniéndola allí una hora.
- Antes de sacar el pesafiltros de la estufa, se coloca su tapa, se lo transfiere al desecador y se pesa tan pronto como hay alcanzado la temperatura ambiente.
- Para repetir el proceso se calienta de nuevo el pesafiltros, conteniendo la muestra durante media hora, se deja enfriar y se pesa tal como se indicó anteriormente.

5. EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de humedad en la muestra se expresa en porcentaje y se obtiene de acuerdo a la fórmula siguiente:

$$H = \frac{M_2 - M_f}{M_2 - M_1} \cdot 100$$

Los resultados para locoto son:

Masa de caja Petri (g)	Masa de caja Petri + masa de locoto (g)	Masa de caja Petri + masa locoto seco (g)	Humedad
(M ₁)	(M ₂)	(M _f)	%
38,268	43,329	38,76	90,279
37,004	42,089	37,434	91,544
36,675	41,759	37,16	90,460

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$\text{Porcentaje de humedad} = 90,761 \%$$

Los resultados para arivivi son:

Masa de caja Petri (g)	Masa de caja Petri + masa de locoto (g)	Masa de caja Petri + masa locoto seco (g)	Humedad
(M ₁)	(M ₂)	(M _f)	%
103,3502	108,4304	103,9472	88,248
102,1092	107,7339	102,7339	87,717
97,6833	102,7634	98,3325	87,221

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$\text{Porcentaje de humedad} = 87,73 \%$$

CEREALES - QUINUA EN GRANO - DETERMINACIÓN DE MATERIA GRASA

NB 313027

1. OBJETO

Esta norma establece el método de ensayo para determinar el contenido de aceite. El método descrito en esta norma, es aplicable a la determinación de otras sustancias extraídas por éter de petróleo

2. METODO DE ENSAYO

El método descrito en esta norma consiste en extraer el aceite o materia grasa, utilizando éter de petróleo como solvente

3. APARATOS

- Extractor tipo soxhlet de una capacidad de 200 cm³ a 250 cm³.
- Balanza analítica.
- Estufa con regulador de temperatura.
- Desecador.
- Molino o mortero.
- Papel filtro
- Pipetas y matraces graduados en ml.
- Vidrio reloj.
- Rallador mecánico o manual para reducir de tamaño las muestras.
- Estufa de fumigación provista de extractor de aire.

4. REACTIVOS

- Éter de petróleo calidad p.a. que destilado entre 50 y 60°C o hexano.

5. PROCEDIMIENTO

- Homogeneizar y pesar aproximadamente (30 g) de muestra libre de cuerpos extraños
- Moler en el molinillo de cuchilla horizontal, de manera tal que no menos del (99%) pase a través de un tamiz que posea orificios circulares de (2 mm) de diámetro.
- Homogeneizar y pesar de 5 a 15 g del material molido.
- Pasar cuantitativamente a una hoja de papel de filtro y hacer el cartucho según especificación.

- Colocar el cartucho en el conjunto extractor Soxhlet, cuyo matraz ha sido previamente tarado. Agregar aproximadamente (50 ml) de éter de petróleo normal y extraer durante el tiempo indicado, según el grano.
- Finalizada la extracción, evaporar hasta que la mayor parte del solvente haya sido eliminada. Concentrar en rotavapor. Enfriar a temperatura ambiente y pesar.

6. EXPRESION DE RESULTADOS

La fórmula para determinar la cantidad de materia grasa contenida es la siguiente:

$$EMG = \frac{M_2 - M_1}{M} \cdot 100$$

Los resultados para locoto son:

Masa de balón vacío (g)	Masa de balón + masa de materia grasa (g)	Masa de la muestra (g)	EMG
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
130,8	130,920	15,01	0,799
130,8	130,932	15,09	0,808
130,8	130,926	15,04	0,804

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$Materia\ grasa = 0,8041\ \%$$

Los resultados para arivivi son:

Masa de balón vacío (g)	Masa de balón + masa de materia grasa (g)	Masa de la muestra (g)	EMG
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
130,25	130,323	15,30	0,487
130,25	130,330	15,45	0,514
130,25	130,329	15,34	0,503

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$Materia\ grasa = 0,503\ \%$$

CEREALES - QUINUA EN GRANO - DETERMINACIÓN DE FIBRA CRUDA

NB 313028

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto determinar la fibra cruda de los granos de quinua.

2. CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma aplica a todas las variedades de los granos quinua bruta, quinua beneficiada, harina y sus derivados.

3. DEFINICION

Para todos los fines consiguientes de esta norma se aplica la siguiente definición: Fibra cruda es un residuo insoluble obtenido después de someter la muestra a una hidrólisis ácida y posteriormente a una hidrólisis básica.

4. MÉTODO DE ENSAYO

Es la pérdida de masa que corresponde a la incineración del residuo orgánico que queda después de la digestión con soluciones ácido sulfúrico e hidróxido de sodio en condiciones específicas.

5. EQUIPOS Y REACTIVOS

Equipos: Los equipos y materiales necesarios son detallados a continuación:

- Balanza analítica.
- Molino de cereales.
- Sistema de reflujo.
- Hornilla eléctrica.
- Bomba de vacío
- Crisoles de gooch y embudo buchner
- Estufa de secado.
- Desecador.
- Mufla.
- Pinzas
- Papel pH.

Reactivos: Los reactivos a utilizar se detallan a continuación

- Silicona antiespumante.

- Solución de ácido sulfúrico. (0,255 N preparada a partir de ácido sulfúrico concentrado p.a.
- Solución de hidróxido de sodio (0,313 N preparado a partir de hidróxido de sodio p.a. libre de carbonatos.
- Alcohol etílico 95 a 96% en volumen.

6. PREPARACION DE LA MUESTRA

Una vez obtenida la muestra se debe realizar la molienda rápidamente para evitar cambios apreciables en el contenido de humedad. La muestra debe molerse hasta alcanzar una harina de granulometría uniforme que pase por la malla de 1 mm.

- Desengrasar la muestra de ensayo según NB 312029 o en su defecto pesar 0,1 a 2 g de muestra proveniente de residuos de extracción de grasas según la NB 312029.
- Se trasfiere la muestra con 0,5 g de asbesto procesado a un matraz Erlenmeyer, agregar 200 ml de solución de ácido sulfúrico, unas gotas de antiespumante y perlas de ebullición.
- Proceder a la digestión a temperatura de ebullición durante 30 min.
- Transcurridos los 30 minutos tratar el residuo filtrado con agua destilada caliente hasta que el agua proveniente de los lavados no presente reacción ácida.
- Colocar el residuo filtrado en un matraz con 200 ml de solución de hidróxido de sodio dejando en digestión nuevamente durante 30 minutos a temperatura de ebullición
- Transcurridos los 30 minutos filtrar, y lavar nuevamente con agua destilada caliente hasta que los lavados no presenten reacción básica.
- El residuo debe ser lavado con etanol en el mismo sistema de filtración
- Secar los crisoles gooch en la estufa a 130 °C durante 2 horas, retirar y dejar enfriar a temperatura ambiente en un desecador, luego pesar.
- Colocar los crisoles en la mufla e incinerar, hasta la eliminación total de partículas carbonosas.
- Retirar los crisoles de la mufla dejar enfriar a temperatura ambiente en el desecador y pesar.

7. EXPRESION DE RESULTADOS

El contenido de fibra cruda presente en la muestra se expresa en porcentaje de la muestra seca y se calcula mediante la fórmula:

$$FC = \frac{M_1 - M_2}{M} \cdot 100$$

Los resultados para locoto son:

Masa de crisol vacío (g)	Masa de crisol + masa muestra calcinada (g)	Masa de la muestra (g)	FC
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
38,64	38,71	2,45	2,596
37,79	37,86	2,64	2,607

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$\text{Contenido fibra cruda} = 2,603 \%$$

Los resultados para arivivi son:

Masa de crisol vacío (g)	Masa de crisol + masa muestra calcinada (g)	Masa de la muestra (g)	FC
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
38,64	38,69	2,013	2,439
37,79	37,84	2,032	2,416

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$\text{Contenido fibra cruda} = 2,42 \%$$

CEREALES - QUINUA EN GRANO - DETERMINACIÓN DE PROTEÍNAS TOTALES

NB 313029

1. OBJETO

Esta norma establece el método para determinar el contenido de proteínas, y se puede aplicar también a harinas y productos derivados.

2. PRINCIPIOS DEL MÉTODO

El método descrito en esta norma se basa en la conversión de nitrógeno presente en la semilla en sulfato de amonio por digestión con ácido sulfúrico concentrado en presencia de un catalizador, produciéndose luego a una destilación y titulación del amoniaco liberado con hidróxido de sodio o de potasio.

3. EQUIPOS Y REACTIVOS

Equipos: Los equipos y materiales necesarios son detallados a continuación:

- Aparato de Kjeldahl de digestión y destilación completo con fuente de calor, trampas y tubos de condensadores.
- Balones Kjeldahl de 600 a 800 ml.
- Erlenmeyer de capacidades adecuadas para recibir destilado.
- Pipetas graduadas de 0,1 ml
- Buretas graduadas de 0,1 ml
- Molino de características adecuadas al producto.
- Balanza analítica con una precisión igual o mayor al mg.

Reactivos:

- Acido sulfúrico 0,1 N, 0,2 N o 0,5 N.
- Acido clorhídrico 0,1 N, 0,2 N o 0,5 N
- Mercurio u óxido de mercurio calidad p.a.
- Sulfato de potasio o sodio
- Solución de hidróxido de sodio 0,25 N
- Solución de sulfuro de potasio o de sodio 4% en agua.
- Solución indicadora de rojo de metilo 0,1% disuelto en alcohol etílico o rojo Alizarina, 0,3% disuelto en agua destilada.
- Sacarosa calidad p.a.

4. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA

La muestra será extraída y preparada como se indica en la NB 276-78.

5. PROCEDIMIENTO

- La determinación se hará en muestra limpia es decir libre de impurezas.
- Inmediatamente después de moler adecuadamente la muestra de ensayo, pese 1,7 g y coloque al balón Kjeldahl, si los cálculos son realizados en términos de nitrógenos pese 1,4008 g de muestra.
- Añada luego 0,65 g de mercurio metálico o 0,70 g de óxido de mercurio 15 g de sulfato de potasio o sulfato de sodio y 25 cm³ de ácido sulfúrico concentrado.
- Coloque el balón en la rejilla de digestión en posición inclinada (entre 30 a 40°) caliente por debajo del punto de ebullición, del ácido unos 5 a 15 min o hasta que desaparezca la espuma.
- Aumente la temperatura y lleve la muestra a ebullición vigorosa y digerir hasta que la muestra sea incolora mantenga estas condiciones por un tiempo no menor a 1 hora.
- Enfríe hasta alcanzar la temperatura de laboratorio y añada 300 cm³ de agua, unos gránulos de zinc, perlas de vidrio, piedra pómez o porcelana para evitar salpicaduras, añadir suficiente solución de sulfato de potasio para precipitar todo el mercurio.
- Transfiera exactamente una cantidad suficiente de ácido de normalidad conocida en el balón de recepción, asegurándose de que existe un exceso de por lo menos 0,5 cm³ del ácido 0,5 N. Añada suficiente agua destilada para cubrir el extremo del tubo exterior y sujételo al extremo exterior del tubo condensador.
- Mezcle intensamente y añada suficiente solución álcali. El álcali debe verterse por los costados del balón Kjeldahl de forma que no se mezcle bruscamente con el ácido.
- Conecte el balón Kjeldahl al otro extremo del tubo condensador y mezcle su contenido agitando suavemente. Aplique calor y destile hasta obtener por lo menos 150 cm³ de destilado.
- Titule el destilado contenido en el recipiente de recepción con una solución de 0,25 N de hidróxido de sodio utilizando de 2 a 4 gotas del indicador.

- Siguiendo el mismo procedimiento indicado anteriormente, realice una determinación en blanco con los reactivos, utilizando 1g de sacarosa en lugar de la muestra.
- Si la naturaleza del ensayo lo exige determine la humedad de la muestra sin triturar.

6. EXPRESION DE RESULTADOS.

La cantidad de proteína se calcula utilizando la fórmula siguiente:

$$Proteina = \frac{14 \cdot N \cdot V \cdot 6,25}{M \cdot 1000} \cdot 100\%$$

V: Gasto del ácido clorhídrico en mililitros.

M: Masa de la muestra analizada expresada en gramos.

N: Normalidad del ácido

El ensayo fue realizado en Seladis obteniéndose los siguientes resultados:

ENSAYO REALIZADO	UNIDADES	RESULTADOS OBTENIDOS	METODO DE ENSAYO
Proteína Locoto	%	1,67	KJELDAHL
Proteína Arivivi	%	2,07	KJELDAHL

CEREALES - QUINUA EN GRANO - DETERMINACIÓN DE CENIZAS

NB 313030

1. OBJETO

Esta norma tiene por objeto establecer el método para la determinación del contenido de cenizas en los granos de quinua. Este método también se aplica a harinas y productos derivados.

2. DEFINICIONES

Se entiende por cenizas, el residuo orgánico obtenido por incineración del producto en las condiciones a describirse.

3. METODO DE ENSAYO

El producto previamente molido, si fuera necesario y pesado, se incinera de 450 a 600°C en una mufla hasta obtener un residuo incombustible, que una vez enfriado tenga un aspecto blanco o gris.

4. EQUIPOS

- Balanza de precisión.
- Mufla eléctrica que permita mantener una temperatura de 600°C.
- Crisol de fondo plano.
- Desecador con una placa perforada de porcelana o de aluminio.
- Placa de amianto.
- Aparato para trituración que permita reducir los granos

5. PROCEDIMIENTO

- La cantidad de muestra a utilizar es de 5 a 6 g.
- Para la preparación de los crisoles, se calcina estos a 900°C, hasta peso constante inmediatamente antes de su empleo (generalmente 15 min son suficientes), se retiran de la mufla y se deja enfriar en un desecador hasta temperatura ambiente.
- Se coloca la muestra en el crisol previamente calcinado. Y luego se coloca el crisol en la mufla a una temperatura de 600 °C. La ventilación de la mufla debe ser suficiente para asegurar una incineración completa de la muestra.
- Se prosigue la incineración hasta combustión total. Se considera finalizada la incineración cuando el residuo queda prácticamente blanco o gris luego de enfriar.

- Se retira el crisol de la mufla se deja enfriar a temperatura ambiente en un desecador y luego se pesa lo más rápidamente posible.

6. EXPRESIÓN DE RESULTADOS

El contenido de cenizas en porcentaje del peso seco de la muestra se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$C = \frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0}$$

Los resultados para locoto son:

Masa de crisol vacío (g)	Masa de crisol + masa muestra (g)	Masa de la muestra + masa de ceniza (g)	C
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
38,495	40,456	38,505	0,525
38,645	40,608	38,656	0,565
37,790	39,818	37,799	0,553

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$Cenizas = 0,545 \%$$

Los resultados para arivivi son:

Masa de crisol vacío (g)	Masa de crisol + masa muestra calcinada (g)	Masa de crisol + masa de ceniza (g)	C
(M ₁)	(M ₂)	(M)	%
38,495	40,507	38,509	0,676
38,645	40,656	38,647	0,656
37,790	39,853	37,804	0,688

Se saca un promedio de las pruebas realizadas obteniendo:

$$Cenizas = 0,673 \%$$

ANEXO B - SCREENIGN FITOQUÍMICO CUALITATIVO

Tipo de Compuesto	Test	Método (Reactivos y Soluciones Necesarias)
Alcaloides	Mayer	<p>Reactivo de Mayer: Cloruro Mercurico (1,358 g) y Yoduro de Potasio (5 g) son disueltos en 70 ml de agua.</p> <p>El extracto etanólico es agitado con algunas gotas de ácido clorhídrico diluido, se filtra y se añade 1 0 2 gotas de reactivo Mayer por la pared del tubo de ensayo. Un precipitado blanco o crema indica que el test es positivo.</p>
	Dragendorff	<p>Solución Stock: Carbonato de bismuto (5,2 g) y Yoduro de Sodio (4 g) son calentados por unos minutos con ácido acético glacial. Luego de 12 horas el Acetato de Sodio precipitado es filtrado.</p> <p>Solución de Trabajo: 10 ml de la solución Stock son mezclados con 20 ml de ácido acético y aforados a 100 ml con agua.</p> <p>A 5 ml de filtrado se añaden 2 ml de reactivo de la solución de trabajo. Un prominente precipitado color amarillo indica que el test es positivo.</p>
Azúcares	Fehling	<p>Solución A: Sulfato ce cobre (0,69 g) es disuelto en agua destilada y aforada a 10 ml.</p> <p>Solución B: Tartrato de sodio potasio (3,46) e hidróxido de Sodio (1 g) son disueltos y aforados a 10 ml.</p> <p>1 ml del filtrado es calentado en baño María con 1 ml de cada solución de Fehling (A y B). Un precipitado rojo anaranjado indica la presencia de azúcares.</p>

Saponinas	Test de Espuma	El extracto (2,5 mg) se diluye con agua destilada y se afora a 5ml y se deja reposar 15 min. La columna de 2cm de espuma indica la presencia de saponinas.
Triterpenos	Liberman Bouchard	<p>Se mezcla 1 ml de anhídrido acético con 1 ml de cloroformo y se enfría a 0°C, entonces se añade una gota de ácido Sulfúrico concentrado.</p> <p>El extracto (50 mg) es disuelto en 2 ml de anhídrido acético, a esta solución se le añade lentamente por las paredes del tubo 1 o 2 gotas de ácido sulfúrico concentrado. Un conjunto de cambios de color muestra la presencia de triterpenos.</p>
Glucósidos Cárdicos	Kedde	<p>Solución 1: Solución al 2% de ácido 3,5 – dinitrobenzoico en metanol.</p> <p>Solución 2: Solución al 5,7 % de hidróxido de potasio.</p> <p>A una solución de 10 (mg) de extracto en 1 ml de metanol, añadir una gota de las soluciones 1 y 2 a 0,2-0,4 ml de la solución de la muestra. Una coloración Azul Purpura aparece luego de 5 min.</p>
	Bajlet	<p>Solución 1: Disolver 1 g de ácido pícrico en 100 ml de etanol.</p> <p>Solución 2: 10 g de hidróxido de sodio en 100 ml de agua</p> <p>Combinar las soluciones 1 y 2 (1:1) antes de usar y añadir 2 a 3 gotas a 2 – 3mg de muestra. La reacción es positiva si se observa un color rojo intenso.</p>

	Keller - Killiani	A 20 mg se le añaden 0,4 ml de ácido acético glacial conteniendo trazas de cloruro férrico, en un tubo de ensayo. Entonces se añaden cuidadosamente por las paredes del tubo 0,5 ml de ácido sulfúrico concentrado. Si la fase acida, muestra una coloración azul la presencia de glucósidos cárdicos es positiva.
Fenólicos	Cloruro Férrico	El extracto (5 mg) es disuelto en 1 ml de etanol. A esta mezcla se añaden algunas gotas de cloruro férrico al 5%. Un color verde oscuro, azul o azul oscuro indica la presencia de polifenoles
Taninos	Acetato de plomo	El extracto (50 mg) es disuelto en agua destilada y a esta solución se añaden 3 ml de una solución de acetato de plomo al 10%. Un precipitado blanco y voluminoso indica la presencia de compuestos fenólicos.
	Test de Gelatina	El extracto (50 mg) se disuelve en 5ml de agua destilada y se añaden 2 ml de una solución al 1% de gelatina, conteniendo un 10% de cloruro de sodio. Un precipitado blanco sugiere la presencia de polifenoles.
Flavonoides	Shinoda	El extracto (10 mg) es disuelto en 4ml de etanol y algunos fragmentos de magnesio metálico son añadidos seguidos de HCl concentrado (por goteo). En un segundo tubo preparar la solución de extracto y añadir solo el HCl como blanco. Los flavonoides pueden dar una coloración anaranjada, rosa y roja a púrpura con este test.

Proteínas	Ninhidrina	2 gotas de solución de Ninhidrina (10 mg de ninhidrina en 200 ml de acetona) son añadidos a 2ml de filtrado acuoso. Un color púrpura indica la presencia de aminoácidos.
Cumarinas	Fluorescencia	La fluorescencia UV ($\lambda=254$ nm) de las soluciones en placas TLC y su intensidad después de añadir hidróxido de amonio al 10%, indica la presencia de cumarinas
Aceites no volátiles	Test de punto	Una cantidad pequeña de extracto es presionado entre dos papeles filtro. La mancha de aceite indica la presencia de aceites no volátiles

ANEXO C – RENDIMIENTO ESPECTROFOTOMETRO PRUEBAS PRELIMINARES

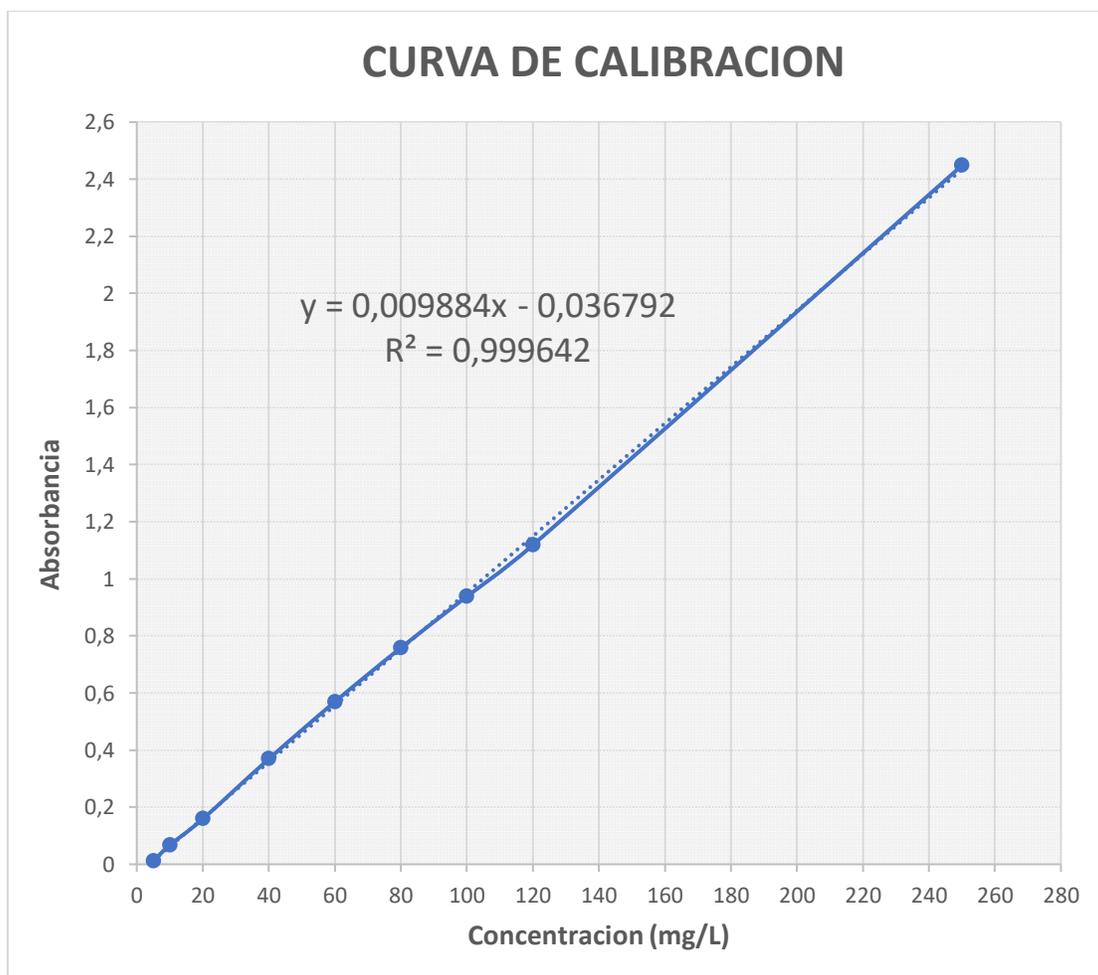
Para determinar el rendimiento se utiliza la siguiente relación:

$$\eta = \frac{g \text{ de CAP}}{g \text{ de EXT}} \cdot 100 \%$$

Para las pruebas se pesan 0,5 g de muestra seca y tamizada de Locoto y Arivivi, se realiza una extracción líquido-líquido en cada caso, para determinación de las variables en las pruebas preliminares, después de obtener el extracto se concentra en el rotaevaporador.

Posteriormente se lleva a leer las absorbancias de cada muestra en el espectrofotómetro, se usa una concentración de 250 ppm (1mg de extracto / 4ml de acetonitrilo).

Luego se lleva a medir en la siguiente curva de calibración, que previamente realizada con un patrón de capsaicina, la cual es la siguiente:



Introduciendo esta ecuación se puede saber la concentración de Capsaicina, entonces el rendimiento fue obtenido de la siguiente forma:

$$Abs = 0,009884 \cdot x - 0,036792$$

Para un extracto etanólico a una concentración de 250 ppm se tiene una absorbancia de 0,256 entonces:

$$0,256 = 0,009884 \cdot x - 0,036792$$

$$x = 26,273 \text{ mg Cap/L}$$

$$26,273 \frac{\text{mg Cap}}{1 \text{ L Ace}} \cdot \frac{1 \text{ L Ace}}{250 \text{ mg Ext}} = 0,105 \frac{\text{g Cap}}{\text{g Ext}}$$

Reemplazamos en la ecuación de rendimiento:

$$\eta = \frac{\text{g de CAP}}{\text{g de EXT}} \cdot 100 \%$$

$$\eta = 0,105 \cdot 100 \% \rightarrow \eta = 10,509\%$$

A continuación, se muestran los resultados respecto a la selección de solvente adecuado tanto de Locoto y Arivivi:

SELECCIÓN DE SOLVENTE:

Rendimiento obtenido en pruebas de selección de solvente en Locoto

Solvente	Masa de extracto (g)	Absorbancia	g cap/ g ext	Rendimiento CAP
Etanol	0,0563	0,256	0,105090	10,509
Acetato de etilo	0,0055	0,342	0,139894	13,989
Éter de petróleo	0,0047	0,023	0,010797	1,079

Rendimiento obtenido en pruebas de selección de solvente en Arivivi

Solvente	Masa de extracto (g)	Absorbancia	g cap/g ext	Rendimiento CAP
Etanol	0,0426	0,475	0,193718818	19,372
Acetato de etilo	0,0063	0,564	0,229736625	22,974
Éter de petróleo	0,0032	0,034	0,015248563	1,525

TAMAÑO DE PARTÍCULA

Rendimiento obtenido en pruebas preliminares de tamaño de partícula en Locoto

Abertura de Tamiz (mm)	N° de Malla	Masa de extracto (g)	Rendimiento %
0,841	20	0,0028	14,967
0,595	30	0,0033	16,647
0,420	40	0,0046	19,538
0,297	50	0,0061	23,545
0,250	60	0,0092	23,910
0,210	70	0,0101	25,343
0,149	100	0,0096	24,670

Rendimiento obtenido en pruebas preliminares de tamaño de partícula en Arivivi

Abertura de Tamiz (mm)	N° de Malla	Masa de extracto (g)	Rendimiento %
0,841	20	0,0028	18,891
0,595	30	0,0033	18,688
0,420	40	0,0046	21,238
0,297	50	0,0061	23,909
0,250	60	0,0092	27,228
0,210	70	0,0101	29,594
0,149	100	0,0098	28,304

TIEMPO

Rendimiento en pruebas preliminares de tiempo, extracción en Locoto

Tiempo (horas)	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
0,0	0	-	0,000
0,5	0,0693	0,34576444	6,922
1,5	0,0785	0,37395326	7,492
2,5	0,0817	0,3895092	7,807
3,5	0,0848	0,39954744	8,010
4,0	0,0917	0,40507653	8,122
7,0	0,0945	0,40907377	8,203
8,0	0,1042	0,41592183	8,342
9,0	0,1046	0,4167317	8,358
13,0	0,1052	0,41146848	8,252
15,0	0,1057	0,4165417	8,354

Rendimiento en pruebas preliminares de tiempo, extracción en Arivivi

Tiempo (horas)	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
0	0	-	0
1	0,056	0,29421187	11,4398
2	0,0751	0,35465408	13,0756
3	0,0796	0,3895092	13,8680
4	0,0800	0,39954744	14,5155
4	0,0839	0,40507653	14,8567
6	0,0908	0,42159385	14,9365
7	0,0945	0,40907377	14,9876
8	0,0973	0,41592183	15,0345
9	0,1036	0,4167317	15,1234

VELOCIDAD DE AGITACIÓN

Rendimiento en pruebas preliminares de velocidad de agitación en Locoto

Velocidad de agitación (RPM)	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento CAP
50	0,0283	0,2103930	8,663384
100	0,0295	0,2504355	10,283883
150	0,0325	0,2856778	11,682687
200	0,0349	0,4529878	18,441084
250	0,0331	0,4266777	18,388879
300	0,0335	0,4495597	18,341934
350	0,0341	0,4445501	18,139587

Rendimiento en pruebas preliminares de velocidad de agitación en Arivivi

Velocidad de agitación (RPM)	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento CAP
50	0,034	0,5331010	21,7231566
100	0,034	0,5331128	21,7236746
150	0,08	0,5781128	23,5447997
200	0,081	0,6859528	27,9090247
250	0,083	0,6924975	28,1738888
300	0,083	0,7040630	28,6419344
350	0,085	0,6959587	28,3139587

RELACION SOLUTO - SOLVENTE

Rendimiento en pruebas preliminares de relación soluto - solvente en Locoto

Relación soluto- solvente	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
1:05	0,0064	0,234	6,78845
1:10	0,0091	0,568	11,5677701
1:20	0,0111	0,824	16,7478592
1:30	0,0164	0,736	16,9672036
1:40	0,0125	0,819	16,6466856
1:50	0,0124	0,673	17,692416

Rendimiento en pruebas preliminares de relación soluto - solvente en Arivivi

Relación soluto- solvente	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
1:05	0,0064	1.543	10,52837
1:10	0,0081	2,417	24,4908863
1:20	0,0092	3,019	30,5815378
1:30	0,0087	3,009	30,4803642
1:40	0,0103	2,982	30,2071955
1:50	0,0096	3,300	33,4245164

TEMPERATURA

Rendimiento obtenido en las pruebas preliminares de Temperatura en Locoto

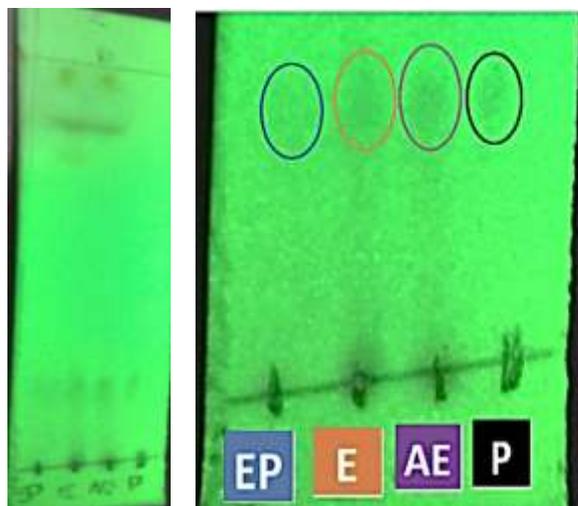
Temperatura	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
25	0,016	0,364	16,21983
30	0,0285	0,389	17,2315662
40	0,043	0,396	17,5148523
50	0,0472	0,453	20,5500607
60	0,059	0,472	21,7236746
70	0,062	0,474	21,7323975

Tabla 27: Rendimiento obtenido en las pruebas preliminares de Temperatura en Locoto

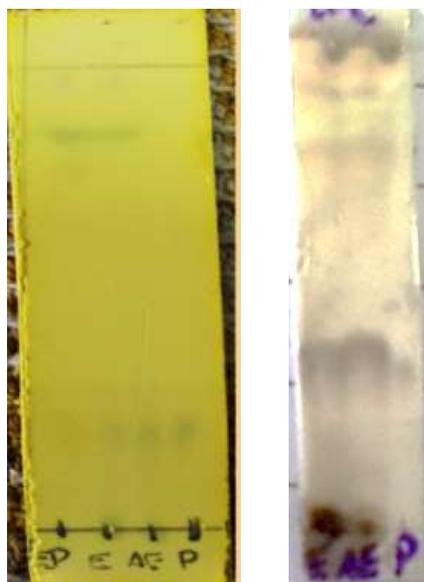
Temperatura (°C)	Masa de extracto (g)	Absorbancia	Rendimiento (%)
25	0,0034	0,471	20,5500607
30	0,008	0,636	27,2315662
40	0,0081	0,747	31,7236746
50	0,0081	0,753	32,7514852
60	0,0083	0,749	31,621983
70	0,0083	0,768	32,8845622

ANEXO D – PLACAS TLC

SELECCIÓN DE SOLVENTES



Lo que se observa son placas bajo luz UV – 254 nm, en esta se ve claramente que al comparar con el patrón los extractos en éter de petróleo (20 – 60) EP, etanol (E) y acetato de etilo (AE), al comparar con el patrón los extractos AE y E tienen más capsaicinoides.



Luego a estas placas se revela la primera placa de muestras con extractos de locoto, con solución de cloruro férrico y en el segundo caso sólo los extractos en etanol y acetato de etilo de arivivi revelados con solución de ácido sulfúrico.

ANEXO E – CROMATOGRAFÍA EN COLUMNA

Cálculo de la cantidad de gel de sílice

En general la cantidad de gel de sílice debe pesar al menos 30 veces más que la muestra, en el Anexo E se muestra el cálculo para la cantidad de gel de sílice a usarse. y para el empaquetamiento la altura debe ser de al menos 10 veces el diámetro. Además, la densidad del gel de sílice es 0,4 g/ml. Se tiene:

$$m_{muestra} = 1 \text{ g} \quad ; \quad D = 2 \text{ cm} \quad ; \quad h = 30 \text{ cm}$$

Considerando el volumen de un cilindro:

$$V = \frac{\pi}{4} \cdot D^2 \cdot h = \frac{\pi}{4} \cdot 2^2 \cdot 30$$

$$V = 94,2 \text{ cm}^3 = 94,2 \text{ ml}$$

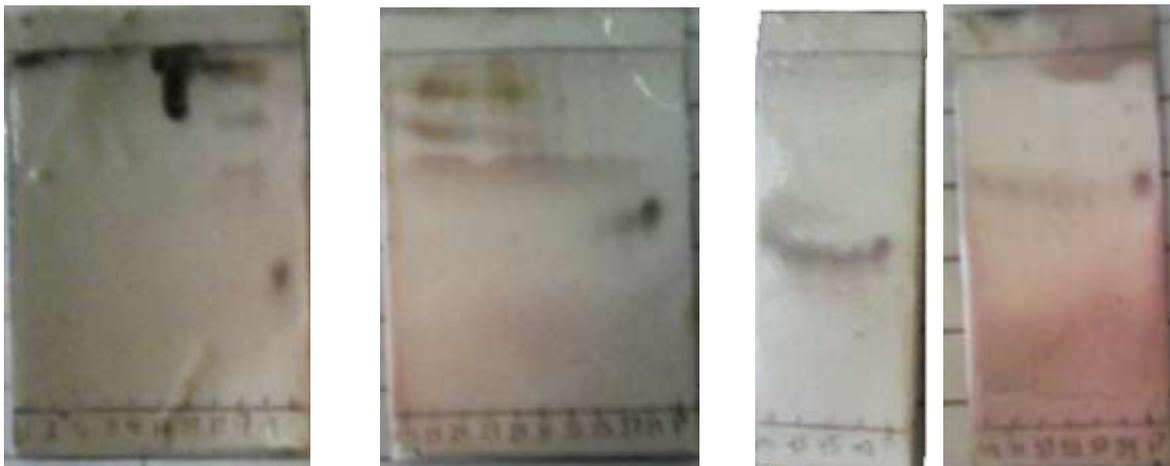
Calculando la masa de sílice:

$$m_{gel \text{ de sílice}} = \rho_{gel \text{ de sílice}} \cdot V = 0,4 \frac{\text{g}}{\text{ml}} \cdot 94,2 \text{ ml}$$

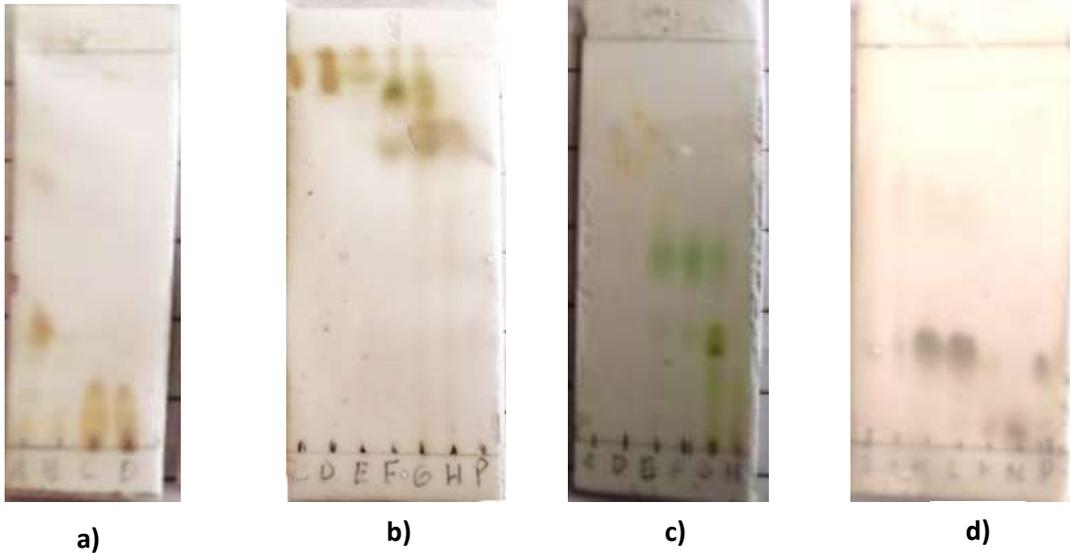
$$m_{gel \text{ de sílice}} = 37,7 \text{ g}$$

Columna sílica gel para Arivivi

Se recogen 66 tubos de la columna con sílica gel, comenzando por los compuestos menos polares, y subiendo la polaridad poco a poco de forma que los compuestos se separen recolectándolos en tubos de ensayo

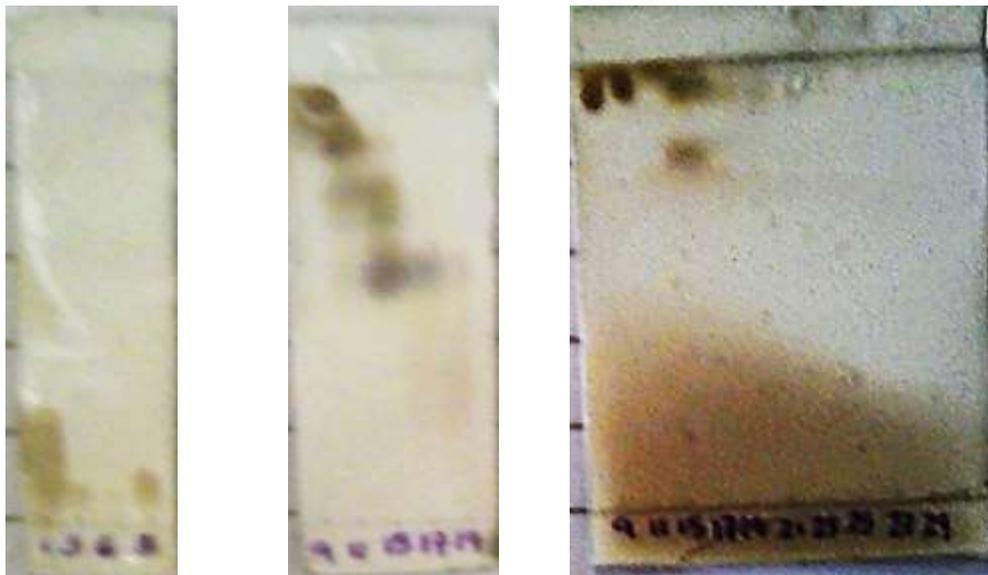


Una vez separados se une cada fracción obteniendo:



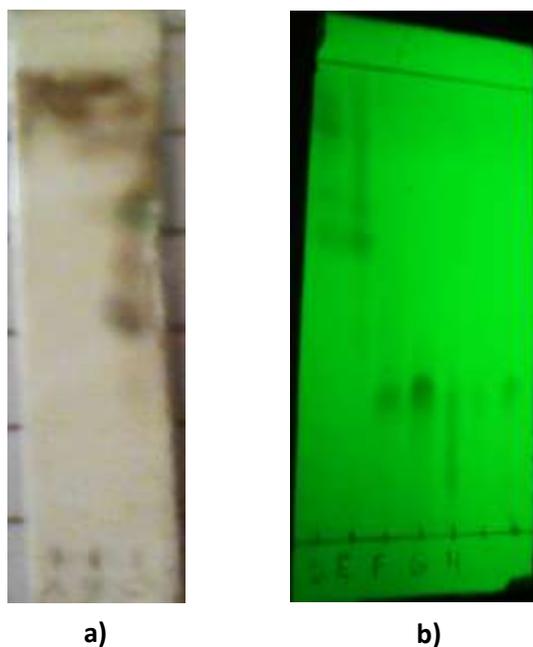
Siendo a) los compuestos menos polares, b) y c) las mismas placas una revelada y otra no, con más polaridad que en la placa a) y siendo d) la unión de los compuestos medianamente polares donde se encuentran los capsaicinoides. Observándose en K y L los capsaicinoides.

Columna Sílica gel Locoto



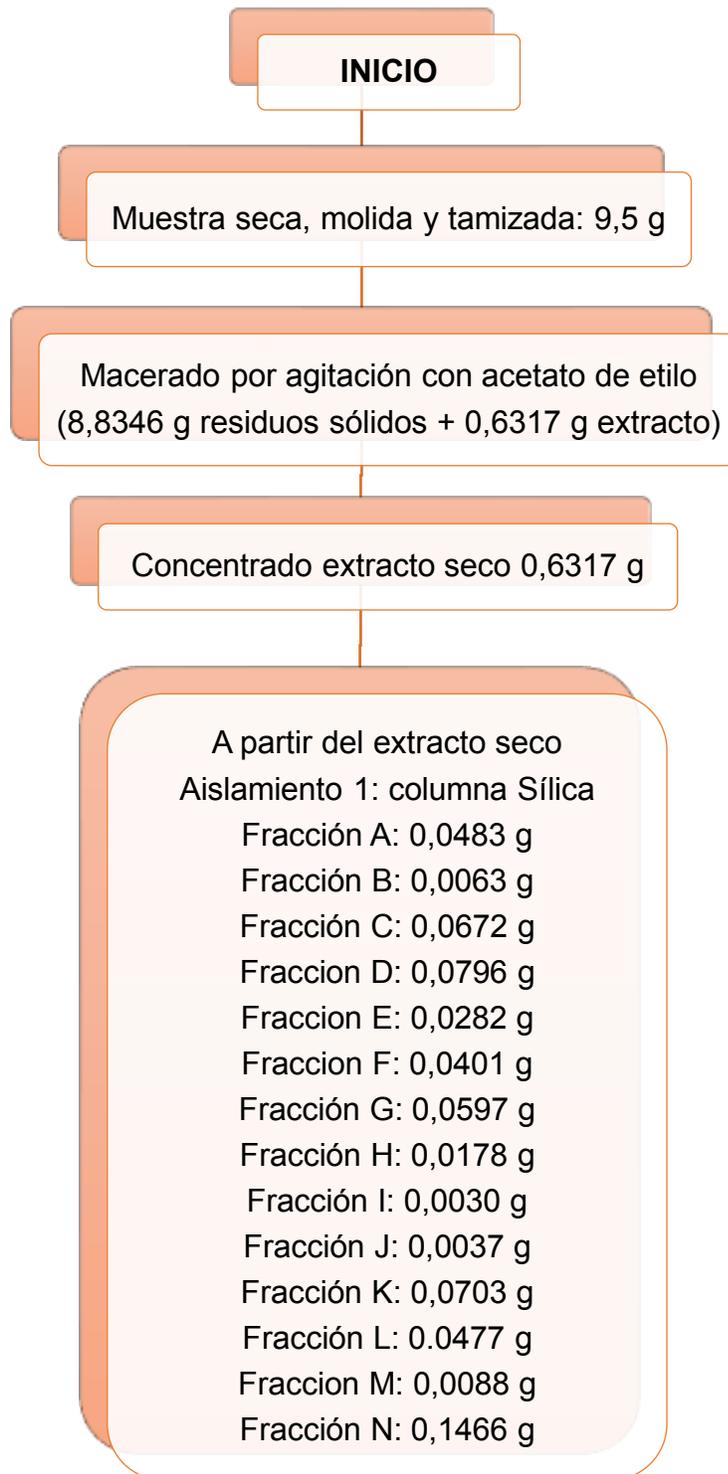


Se recogen 61 tubos de la columna sílica gel, comenzando por los compuestos menos polares, y subiendo la polaridad poco a poco de forma que los compuestos se separen recolectándolos en tubos de ensayo



Siendo a) los compuestos menos polares, b) la unión de los compuestos medianamente polares donde se encuentran los capsaicinoides. Observándose en F y G los capsaicinoides.

El Balance de masas para Arivivi es:



Las fracciones K y L conteniendo capsaicinoides se unen 0,118 g

Aislamiento 2 columna Sephadex:

Fracción A: 0,0040 g

Fracción B: 0,0008 g

Fracción C: 0,0064 g

Fracción D: 0,0209 g

Fracción E: 0,0127 g

Fracción F: 0,0638 g

Fracción G: 0,0087 g

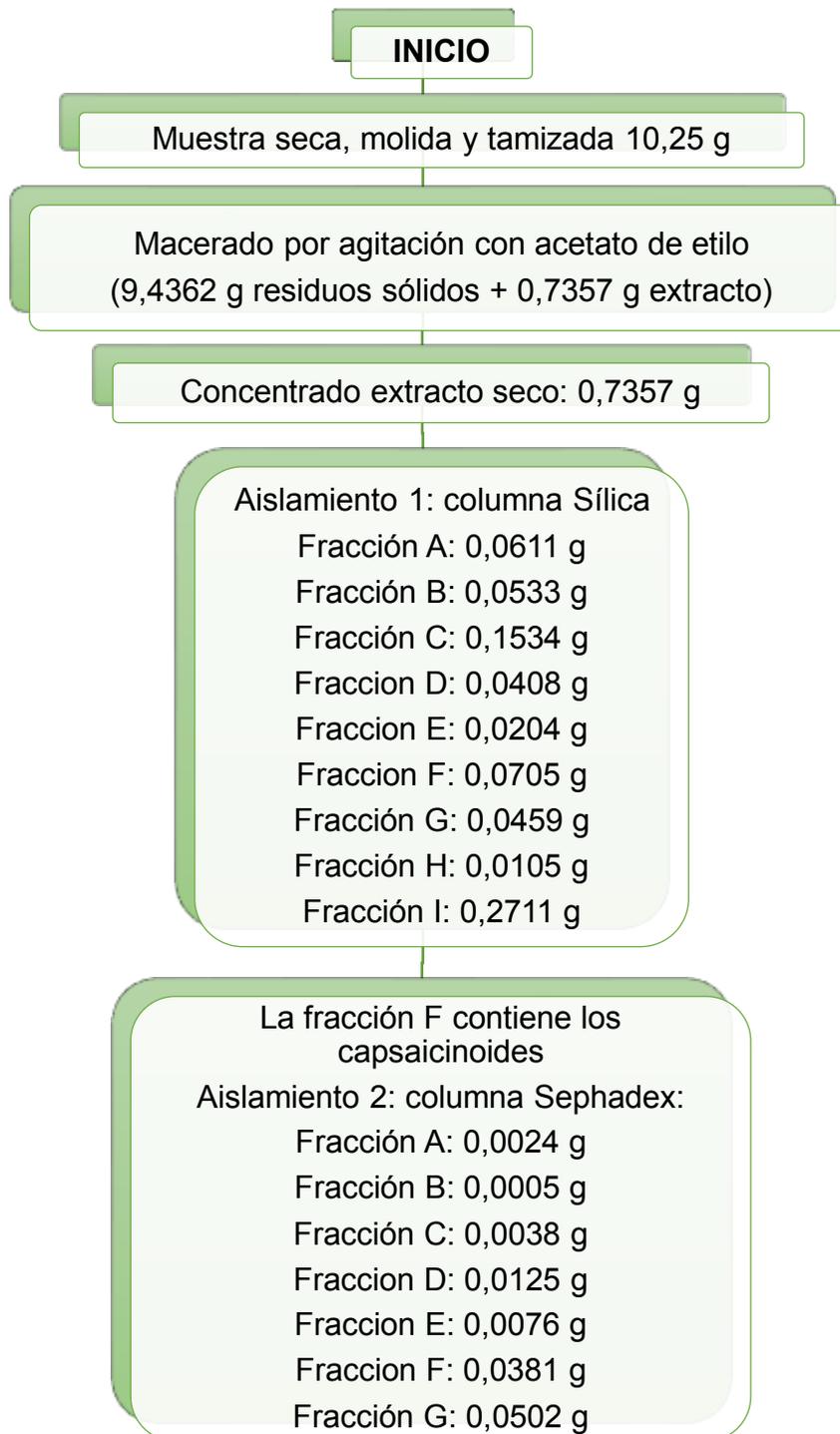
Siendo la fracción F
0,0638 g o 63,8 mg de
capsaicinoides

FIN

$$100 \text{ g}_{ARV \text{ seco molido}} \cdot \frac{63,8 \text{ mg}_{\text{capsaicinoides}}}{9,5 \text{ g}_{ARV \text{ seco molido}}} = 671,5 \text{ mg}$$

Con lo que se tienen 671 mg de capsaicinoides en 100 g de Arivivi molido y seco

El Balance de masas para Locoto es:



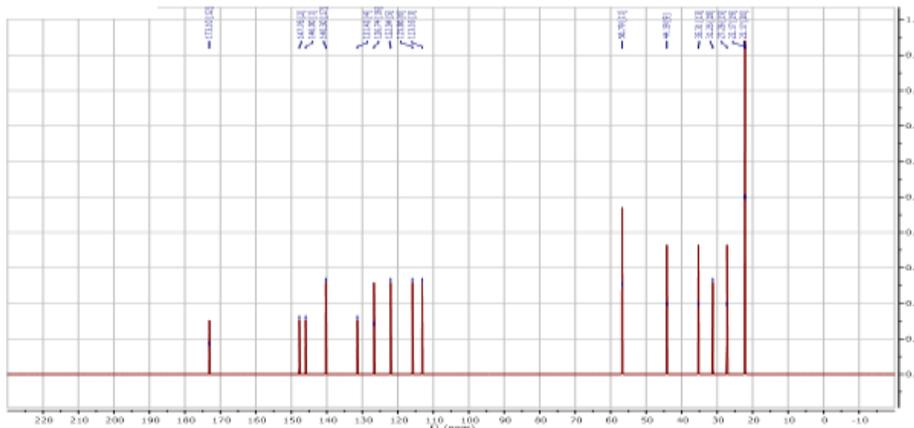
Siendo la fracción F 0,0381 g
o 38,1 mg de capsaicinoides

FIN

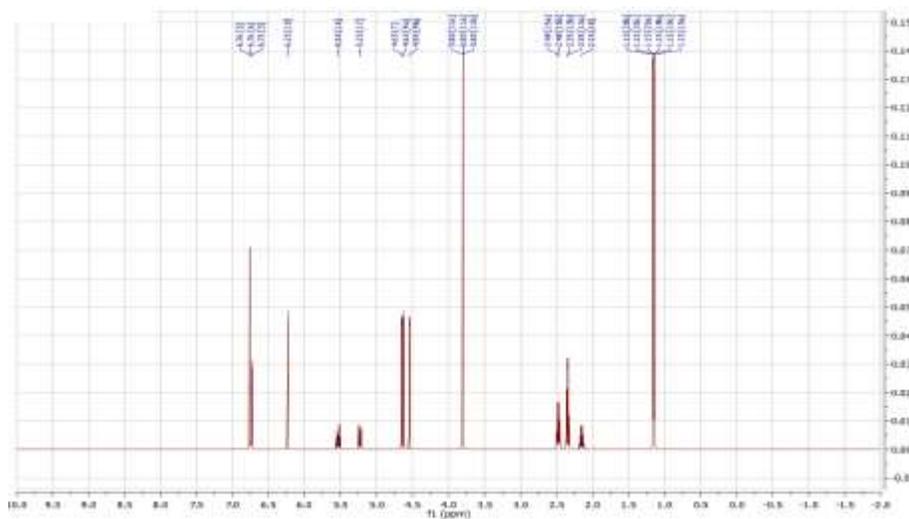
$$100 \text{ g}_{LOC \text{ seco molido}} \cdot \frac{38,1 \text{ mg}_{capsaicinoides}}{10,25 \text{ g}_{LOC \text{ seco molido}}} = 371,7 \text{ mg} \cong 372$$

Con lo que se tienen 372 mg de capsaicinoides en 100 g de Locoto molido y seco

Espectro de Resonancia Magnética C¹³

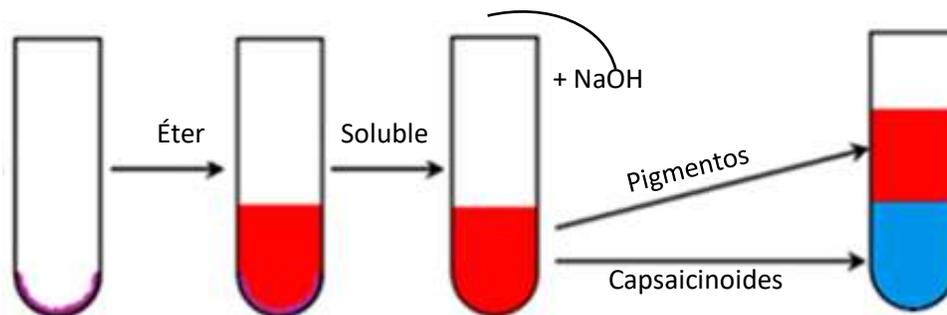


Espectro de Resonancia Magnética ¹H



ANEXO F – EXTRACCION LIQUIDO - LIQUIDO

Se utiliza una muestra de extracto en acetato de etilo completamente seca



Para esto la relación usada es: para 0,15 g de extracto puro, se usan éter de petróleo (60 – 80) y solución de NaOH al 0,05 N o una solución hasta alcanzar un pH de 13. Utilizando una relación (1:2) de éter de petróleo y solución NaOH

Masa extracto	Relación Éter, Sol. NaOH	Masa fase acuosa, extracto capsaicinoides
0,1099 g Arivivi	1:1	3,4 mg
0,1087 g Arivivi	1:2	7,3 mg
0,1095 g Arivivi	1:3	7,6 mg
0,1039 g Locoto	1:1	2,1 mg
0,1031 g Locoto	1:2	4,7 mg
0,1037 g Locoto	1:3	4,5 mg

La relación de ambos solventes obtiene una mayor cantidad de extracto para una relación 1:2 por lo cual se usa esta para la extracción líquido - líquido.

Una vez separadas ambas fases se neutraliza la fase acuosa con una solución de HCl, hasta llegar a un pH conveniente:



De acuerdo a las pruebas realizadas tanto en locoto como arivivi a diferentes pH se debe neutralizar a un pH 7, antes de realizar la extracción con un compuesto orgánico como es acetato de etilo en este caso, debido a que a otros valores de pH como se observa en la placa los capsaicinoides no son extraídos completamente

De acuerdo a las pruebas de tiempo realizadas, con extracto seco:

Masa extracto	Tiempo de agitación	Masa fase acuosa, ext. capsaicinoides
0,1750 g Arivivi	60 min	25,7 mg
0,1840 g Arivivi	30 min	25,3 mg
0,1644 g Locoto	60 min	17,5 mg
0,1659 g Locoto	30 min	17,2 mg

Por lo cual si bien a 60 minutos se obtiene más cantidad de extracto no hay razón para no trabajar con 30 minutos de agitación, se usa un agitador magnético para tal fin.