

**OPTIMIZACIÓN DE LA SÍNTESIS VERDE DE ÉSTERES DE ISOPROPILO A PARTIR DE LA
REACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO
(*Bactris gasipaes*) CON ISOPROPANOL ASISTIDA CON SONDA DE ULTRASONIDO**

ANGIE NATHALIA RAMÍREZ CRUZ



**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
POPAYÁN 2023**

**OPTIMIZACIÓN DE LA SÍNTESIS VERDE DE ÉSTERES DE ISOPROPILO A PARTIR DE LA
REACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO
(*Bactris gasipaes*) CON ISOPROPANOL ASISTIDA CON SONDA DE ULTRASONIDO**

ANGIE NATHALIA RAMÍREZ CRUZ

**Trabajo de grado en modalidad de investigación presentado como requisito para optar al título
de Química**

Director:

RICARDO BENITEZ BENITEZ, Ph D.

Grupo de investigación Química de Productos Naturales (QPN)

Departamento de Química

Asesor:

CARLOS ARTURO ACEVEDO LÓPEZ, M.Sc.

Prokpil S.A.S

Presidente

**UNIVERSIDAD DEL CAUCA
FACULTAD DE CIENCIAS NATURALES, EXACTAS Y DE LA EDUCACIÓN
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
POPAYÁN 2023**

NOTA DE ACEPTACIÓN:

Director

Ricardo Benítez Benítez. Ph D.

Jurado

Clara Inés Hurtado Sánchez

Jurado

Juan Carlos Argoti Burbano

Popayán, Cauca, de del 2023

DEDICATORIA

A Dios, por concederme el privilegio de vivir, por guiarme en el camino, por darme fortaleza en los momentos difíciles y por darme la oportunidad de desarrollar mi carrera universitaria con satisfacción.

A mis padres Ruby Cruz y Luis Carlos Ramírez por haberme forjado como la persona que soy en la actualidad, por su amor, apoyo y motivación incondicional en todo momento de mi vida.

A mi querido esposo Kevin Serna por ser mi motivación constante para seguir adelante y por confiar en mí, por su apoyo, comprensión y cariño.

A la memoria de mi abuela Graciela Romero, que a pesar que no se encuentra presente en vida, su espíritu siempre estará conmigo y sé que estará orgullosa de verme realizar mis sueños.

A mis amuletos de la buena suerte, mis compañeros fieles durante el desarrollo de este proyecto, Mateo y Jeyco, mis mascotas.

A mi familia por ser el impulso diario para ser una mejor persona y por su colaboración en todos los procesos de desarrollo de este trabajo de grado.

AGRADECIMIENTOS

A continuación, quiero expresar la gratitud que siento hacia las personas que estuvieron presente en mi formación académica para poder realizar este trabajo de grado.

Al Dr. Ricardo Benítez Benítez, director de la presente Tesis de grado, por su amistad, por su colaboración, por confiar en mi desempeño, responsabilidad y sobre todo por brindarme su apoyo profesional.

Al Dr. Carlos Arturo Acevedo López, asesor de este proyecto, por permitirme trabajar en la empresa Prokpil S.A.S, por su confianza, por el apoyo y por compartir sus conocimientos conmigo.

Al equipo de trabajo de Prokpil S.A.S por su colaboración en el desarrollo del trabajo de grado y por su compañía.

A Juan Manuel Sánchez por trabajar conmigo, compartir sus conocimientos y ser mi monitor a lo largo de la elaboración del trabajo de grado.

A la Universidad del Cauca, a todo el personal del departamento de Química, al grupo de Investigación Química de Productos Naturales, por su colaboración y por ser los mayores responsables de mi formación académica.

A los jurados por aceptar, examinar este trabajo y enriquecerlo con sus propuestas y correcciones.

A mis amigos, que me acompañaron desde el inicio y durante la carrera, especialmente a: Luisa Ramos, Marino Chavarro, Santiago Urbano, Daniel Fajardo, Juan Pérez, Juan José Tobar, Ana María Delgado y Jhan Carlos Delgado, por los momentos compartidos en este proceso y por su apoyo incondicional.

A Próspero Sotelo por su servicio absoluto en todo momento, por brindarme su casa para hospedarme durante la realización del trabajo.

A todos aquellos que no he nombrado en este documento pero que de alguna manera pusieron un granito de arena para culminar esta etapa de mi vida.

TABLA DE CONTENIDO

1.	RESUMEN	1
2.	PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.....	2
3.	PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN.....	3
4.	OBJETIVOS.....	4
4.1	OBJETIVO GENERAL	4
4.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	4
5.	FUNDAMENTO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE	5
5.1	Chontaduro (<i>Bactris gasipaes</i>).....	5
5.1.1	Descripción general.....	5
5.1.2	Épocas de disponibilidad.....	5
5.1.3	Producción y mercado del chontaduro en Colombia.....	6
5.1.4	Información nutricional	7
5.1.5	Fracción lipídica (aceite).....	7
5.2	MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE	8
5.2.1	Métodos físicos	9
5.2.2	Métodos químicos	9
5.3	ÉSTERES ISOPROPÍLICOS DE ÁCIDOS GRASOS	12
5.3.1	Síntesis	12
5.4	PRINCIPIOS DE ULTRASONIDO	16
5.4.1	Clasificación de ultrasonidos en función de la frecuencia de propagación	17
5.4.2	Efectos de ultrasonido de potencia.....	18
5.4.3	Dispositivos ultrasonidos típicos utilizados en laboratorios.....	20
5.5	ESTUDIOS PREVIOS	21
6.	METODOLOGÍA	24
6.1	ADQUISICIÓN DE MUESTRAS	24
6.1.1	Tamaño de la muestra	24
6.1.2	Selección de la muestra	24
6.2	ACONDICIONAMIENTO DE LAS MUESTRAS	25
6.3	ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL DE LA PULPA SECA DE CHONTADURO	26
6.4	EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO EL MÉTODO SOXHLET	26

6.5	EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO (USAE).....	27
6.5.1	Montaje de extracción asistida con sonda ultrasonido (USAE).....	28
6.5.2	Rendimiento de extracción de aceite.....	29
6.6	REQUERIMIENTOS FÍSICOQUÍMICOS NORMATIVOS PARA EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO EXTRAÍDO.....	29
6.7	DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS PRESENTES EN EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO.....	30
6.8	CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO POR CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	31
6.9	ESTABILIDAD OXIDATIVA DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	31
6.10	ESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO CON ISOPROPANOL ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO.....	32
6.10.1	Rendimiento de esterificación.....	32
6.10.2	Aislamiento de ésteres de isopropilo.....	33
6.11	ANÁLISIS ESTADÍSTICO.....	33
6.12	CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN.....	33
6.12.1	Espectroscopía de infrarrojo (IR).....	33
6.12.2	Calorimetría diferencial de barrido (DSC).....	34
6.13	CUANTIFICACIÓN DE ÉSTERES DE ISOPROPILO.....	34
6.13.1	Cromatografía líquida de ultra-alto desempeño (uHPLC).....	34
6.13.2	Cromatografía de gases (GC).....	34
7.	RESULTADOS Y ANÁLISIS.....	36
7.1	ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL DE LA PULPA DE CHONTADURO.....	36
7.2	EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO (USAE).....	37
7.3	PROPIEDADES FÍSICOQUÍMICAS PARA EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO ...	41
7.4	DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS PRESENTES EN EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO.....	45
7.5	CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO POR CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	47
7.6	ESTABILIDAD OXIDATIVA DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).....	49
7.7	REACCIÓN DE ESTERIFICACIÓN.....	53

7.7.1	Caracterización de la mezcla de reacción por infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) y Calorimetría diferencial de barrido DSC	53
7.7.2	Análisis estadístico Box-Behnken para la determinación del contenido de ésteres de isopropilo por Cromatografía líquida de ultra alto rendimiento (uHPLC) y Cromatografía de gases acoplado a masas (GC-MS).....	56
8.	CONCLUSIONES	63
9.	RECOMENDACIONES	64
10.	BIBLIOGRAFÍA	65
11.	ANEXOS.....	69
11.1	FOTOGRAFÍAS	69
11.2	DATOS EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO ASISTIDO CON SONDA ULTRASONIDO.....	70
11.3	CÁLCULOS DE REQUERIMIENTOS FISICOQUÍMICOS NORMATIVOS PARA LA CALIDAD DE ACEITE DE CHONTADURO.....	71
11.3.1	Cálculo del índice de saponificación.....	71
11.3.2	Cálculo del índice de acidez.....	71
11.3.3	Cálculo del índice de yodo	72
11.4	ESTADÍSTICA PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO	73
11.4.1	Coefficientes codificados.....	73
11.4.2	Análisis de varianza	73
11.4.3	Gráficas factoriales.....	74
11.5	PERFIL DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS EN ACEITE DE CHONTADURO.....	75
11.6	MECANISMO DE OXIDACIÓN LIPÍDICA.....	76
11.7	REGRESIÓN LINEAL PARA CURVAS DE CALIBRACIÓN	77
11.8	DATOS EXPERIMENTALES DE LAS REACCIONES DE ESTERIFICACIÓN.....	79
11.9	ESTADÍSTICA PARA LA ESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO CON ISOPROPANOL.....	80
11.9.1	Coefficientes codificados.....	80
11.9.2	Análisis de varianza	81
11.9.3	Gráficas de contorno	83
11.9.4	Gráficas de factoriales.....	84
11.9.5	Gráficas de superficie de respuesta	86
11.10	CROMATOGRAMAS DE MUESTRAS ANALIZADAS POR CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ULTRA ALTO RENDIMIENTO (uHPLC)	87

11.11	CROMATOGRAMAS DE MUESTRAS ANALIZADAS POR CROMATOGRAFÍA GASES (GC).....	102
11.12	CONCENTRACIONES DE PALMITATO DE ISOPROPILO EN LAS MUESTRAS.....	132
11.13	ESPECTROS DE MASAS DE ÉSTERES DE ISOPROPILO	134
11.14	COMPARACIÓN Y RELACIÓN DE SEÑALES DE ÉSTERES DE ISOPROPILO POR CROMATOGRAFÍA DE GASES (GC).....	138

LISTA DE ABREVIATURAS Y SIGLAS

ha	Hectárea
T	Tonelada
uHPLC	Cromatografía líquida de ultra alto rendimiento
GC	Cromatografía de gases
m.s.n.m	metros sobre el nivel del mar
DAD	Detector arreglo de diodos
MS	Espectrometría de masas
UA	Unidades arbitrarias
t	Tiempo
s	segundos
min	minutos
h	horas
L	litros
°C	Grados centígrados
DBB	Diseño de experimentos Box-Behnken
DS	Después del secado previo (a 60 °C durante 15h)
SS	Sin el secado previo
USAE	Extracción asistida por ultrasonido
ACN	Acetonitrilo
MeOH	Metanol
Hex	Hexano
CHX	Ciclohexano

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.	Tipos de catalizadores homogéneos empleados en las reacciones de esterificación.	12
Tabla 2.	Métodos utilizados en el análisis bromatológico de la pulpa de chontaduro.	26
Tabla 3.	Factores y niveles considerados para realización de diseño experimental Box-Behnken para la extracción de aceite de pulpa de <i>Bactris gasipaes</i>	27
Tabla 4.	Técnicas para el análisis de las propiedades fisicoquímicas del aceite de pulpa de chontaduro.	30
Tabla 5.	Factores y niveles considerados para realización de diseño experimental Box-Behnken para la esterificación de aceite de pulpa de <i>B. gasipaes</i> con isopropanol.	32
Tabla 6.	Análisis químico bromatológico de las harinas de pulpa de chontaduro (<i>B.gasipaes</i>).	36
Tabla 7.	Diseño experimental Box-Behnken para la extracción de aceite de pulpa de <i>Bactris gasipaes</i> asistido con sonda ultrasonido (USAE).	38
Tabla 8.	Propiedades fisicoquímicas para el aceite de pulpa de chontaduro extraído.	41
Tabla 9.	Porcentaje y tipo de triglicéridos (A) y ácidos grasos (B) presentes en la muestra de aceite de chontaduro.	45
Tabla 10.	Diseño experimental Box-Behnken para la esterificación de aceite de pulpa de <i>Bactris gasipaes</i> con isopropanol.	56
Tabla 11.	Concentraciones de palmitato de isopropilo en formulaciones cosméticas y farmacéuticas.	62
Tabla 12.	Datos experimentales para la extracción de aceite de chontaduro.	70
Tabla 13.	Datos experimentales para la medición del índice de saponificación.	71
Tabla 14.	Datos experimentales para la medición del índice de acidez.	71
Tabla 15.	Datos experimentales para la medición del índice de yodo.	72
Tabla 16.	Coeficientes codificados para el diseño experimental de extracción.	73
Tabla 17.	Análisis de varianza para el diseño experimental de extracción.	73
Tabla 18.	Resultados perfil de ácidos grasos en el aceite de chontaduro extraído.	75
Tabla 19.	Regresión lineal para la curva de calibración empleada para cuantificación por uHPLC.	77
Tabla 20.	Regresión lineal para la curva de calibración empleada para cuantificación por GC.	78
Tabla 21.	Datos experimentales de las reacciones de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol.	79
Tabla 22.	Coeficientes codificados para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por uHPLC.	80
Tabla 23.	Coeficientes codificados para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por GC.	81

Tabla 24.	Análisis de varianza para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por uHPLC.....	81
Tabla 25.	Análisis de varianza para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por GC.....	82
Tabla 26.	Cuantificación de palmitato de isopropilo por uHPLC	132
Tabla 27.	Cuantificación de palmitato de isopropilo por GC.	133
Tabla 28.	Comparación de señales de ésteres de isopropilo por cromatografía de gases (GC)...	138
Tabla 29.	Relación de señales de ésteres de isopropilo por cromatografía de gases.....	139

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1.	Participación de los principales departamentos de Colombia productores de chontaduro en 2016.....	6
Figura 2.	Clasificación de los sonidos conforme a la frecuencia.	16
Figura 3.	Fenómeno de compresión y expansión de una onda.	16
Figura 4.	Ultrasonido de señal de baja intensidad y alta frecuencia.	17
Figura 5.	Ultrasonido de alta intensidad y baja frecuencia.....	18
Figura 6.	Representación del proceso de cavitación.	18
Figura 7.	Esquema de formación de microjet por cavitación.....	19
Figura 8.	Representación gráfica del efecto esponja por cavitación.	20
Figura 9.	Formas de sonda ultrasónica: (A) Cilindro uniforme (B) Conicidad exponencial (C) Cono lineal (D) Escalonada o de sombrero.	21
Figura 10.	Diagrama de bloques de las etapas previas desarrolladas para la extracción de aceite de <i>Bactris gasipaes</i>	26
Figura 11.	Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para el diseño de extracción.	39
Figura 12.	Gráfico de superficie de respuesta % de rendimiento vs la relación solvente: muestra y % amplitud.....	39
Figura 13.	Gráfico de contorno de % de rendimiento vs % de amplitud y relación de solvente: muestra.....	40
Figura 14.	Identificación cualitativa de carotenoides en aceite de chontaduro por HPLC.	44
Figura 15.	Comportamiento térmico para el aceite de pulpa de chontaduro extraído con asistencia de sonda ultrasonido (USAE). A. Extracción con 30% de amplitud B. Comparación de extracción con 30 y 50% de amplitud.....	49
Figura 16.	Termogramas de la oxidación isotérmica del aceite de pulpa de chontaduro (<i>B. gasipaes</i>) extraído con sonda ultrasonido (USAE).	50
Figura 17.	Termogramas de la oxidación isotérmica del aceite de pulpa de chontaduro (<i>B. gasipaes</i>) extraído por soxhlet.	50
Figura 18.	Estabilidad oxidativa del aceite de chontaduro. A. Extraído con asistencia ultrasonido (USAE), B. extraído con soxhlet.	51
Figura 19.	Espectros FTIR A. Mezcla de reacción. B. Compilación mezcla de reacción, aceite de chontaduro y palmitato de isopropilo.....	54
Figura 20.	Termograma de palmitato de isopropilo	55
Figura 21.	Termograma de la mezcla de reacción.....	55
Figura 22.	Curvas de calibración para la determinación cuantitativa de palmitato de isopropilo	57
Figura 23.	Diagramas de Pareto de efectos estandarizados para el diseño de esterificación.	59

Figura 24.	Superficies de rendimiento de palmitato de isopropilo por uHPLC.	59
Figura 25.	Cromatograma obtenido por GC-MS de la muestra de reacción orden de corrida 10.	61
Figura 26.	Gráfica de efectos principales para el rendimiento de extracción de aceite.	74
Figura 27.	Cromatograma de la identificación de ácidos grasos en la muestra de aceite de chontaduro.....	75
Figura 28.	Cromatograma de la identificación de triglicéridos en la muestra de aceite de chontaduro.....	76
Figura 29.	Gráficas de contorno para el rendimiento de reacción determinado por uHPLC.....	83
Figura 30.	Gráficas de contorno para el rendimiento de reacción determinado por GC.....	83
Figura 31.	Gráfica de factoriales para la determinación de rendimiento de la reacción por uHPLC.	84
Figura 32.	Gráfica de factoriales para la determinación de rendimiento de la reacción por GC.	85
Figura 33.	Gráficas de superficie de rendimiento de reacción para la determinación por GC.	86
Figura 34.	Patrón de fragmentación del palmitato de isopropilo.	134
Figura 35.	Patrón de fragmentación del palmitoleato de isopropilo.....	135
Figura 36.	Patrón de fragmentación del oleato de isopropilo.	136
Figura 37.	Patrón de fragmentación del linoleato de isopropilo.	137

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Determinación del rendimiento de extracción de aceite.....	29
Ecuación 2. Rendimiento de reacción de esterificación.	32
Ecuación 3. Extrapolación de estabilidad oxidativa para aceite de pulpa de chontaduro extraído con asistencia de ultrasonido.....	52
Ecuación 4. Cálculo del índice de saponificación.....	71
Ecuación 5. Cálculo del índice de acidez.....	72
Ecuación 6. Cálculo del índice de yodo.	72
Ecuación 7. Ecuación de regresión lineal en unidades no codificadas para la extracción de aceite de chontaduro.....	74

1. RESUMEN

El presente trabajo, tiene como objetivo central optimizar la síntesis de ésteres de isopropilo a partir de aceite de chontaduro (*Bactris gasipaes*) e isopropanol con asistencia de radiación ultrasonido. En dicho proceso se evaluaron factores como: amplitud de ultrasonido (30, 40 y 50%), tiempo de pulso de ultrasonido (20, 30 y 40 s) y cantidad de isopropanol (0,4; 0,5 y 0,6 mol).

Se encontró mediante uHPLC que el mayor rendimiento alcanzado para palmitato de isopropilo fue de 143%, en un tiempo de 30 minutos de reacción con pulsos de ultrasonido de 30 segundos y una cantidad de alcohol isopropílico de 0,4 mol; mientras que la determinación de este compuesto por GC alcanzó un rendimiento máximo de 127% en las mismas condiciones de reacción. El rendimiento superior al 100% se asoció con la hidrólisis incompleta o efectos de impurezas en la determinación del contenido inicial de ácido palmítico en las muestras de aceite.

El empleo de GC permitió la identificación semicuantitativa de otros ésteres de isopropilo como son: oleato de isopropilo, linoleato de isopropilo y palmitoleato de isopropilo. Los dos últimos en concentraciones inferiores a la de palmitato de isopropilo con valores promedio de relación de áreas de 3,75 y 5,78 veces, respectivamente.

Los grupos funcionales característicos de las muestras de aceite y productos de reacción fueron identificados mediante espectroscopía de infrarrojo FTIR, así mismo los comportamientos térmicos y estabilidad oxidativa del aceite se valoraron mediante calorimetría diferencial de barrido DSC.

Se evaluó la optimización de extracción de aceite de chontaduro asistida por ultrasonido para la realización de las reacciones de síntesis de ésteres de isopropilo, encontrándose mayores rendimientos de extracción cuando la amplitud radiación ultrasonido fue de 30% y la relación muestra: hexano de 1:10. Se midieron los parámetros de calidad del aceite de chontaduro extraído con asistencia ultrasonido (USAE), los cuales incluyen el índice de refracción a 20°C con un valor de $1,4674 \pm 0,0008$, índice de acidez de $2,061 \pm 0,077$ mg KOH/g, índice de saponificación de $215,597 \pm 0,482$ mg KOH/g, índice de ésteres de $213,537 \pm 0,559$ mg KOH/g e índice de yodo de $18,202 \pm 0,153$ g I₂/100 g.

Los resultados de este estudio indican que el uso de radiación ultrasonido acelera no solo el proceso de extracción de aceite de chontaduro, sino también el proceso de esterificación con alcohol isopropílico, siendo una técnica innovadora, más limpia, fácil, de rápida ejecución y menor consumo de energía. De la misma manera, los productos obtenidos presentan características potenciales para su posible uso en la industria cosmética.

2. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

Los ésteres son compuestos orgánicos que se encuentran muy extendidos en la naturaleza y se emplean ampliamente a nivel industrial. El rápido aumento de la demanda de estos en las industrias de alimentos, cosméticos, fármacos, lubricantes y biocombustibles hace necesario encontrar vías alternas para sintetizarlos químicamente¹.

Los procesos que se conocen actualmente para la síntesis de ésteres se basan convencionalmente en la reacción directa de ácidos grasos con alcoholes en presencia de catalizadores (generalmente de tipo inorgánicos) a elevadas temperaturas. Sin embargo, estos procesos son tediosos, costosos, poco selectivos y consumen una gran cantidad de energía, pues requieren de tiempos prolongados para lograr buenos rendimientos².

Debido a elevada contaminación ambiental, se requiere el desarrollo de nuevas metodologías eficientes que contribuyan al medio ambiente en el sentido de evitar el uso de productos tóxicos o nocivos en grandes cantidades, disminuir la cantidad de subproductos de reacciones que finalmente se conviertan en desperdicios, así como también reducir el consumo energético.

Recientemente, el uso del ultrasonido ha demostrado ser una valiosa herramienta técnicamente factible, ahorradora de energía y eficiente para la producción de ésteres. El ultrasonido proporciona la energía necesaria para perturbar el límite de fase entre el alcohol y el aceite debido al colapso de burbujas de cavitación que, a su vez, dan como resultado la formación de microflujos y de ondas de choque que aumentan la transferencia de masa y calor en el líquido, favoreciendo la mezcla efectiva de la solución, la ruptura de las capas líquidas inmiscibles y la obtención de ésteres en tiempos más cortos³.

En Colombia, no se han encontrado muchos reportes acerca de este tipo de reacciones de esterificación asistidas con ultrasonido, por lo que el propósito del presente trabajo es optimizar el desarrollo de esta metodología para la síntesis de ésteres a partir de aceite de pulpa de chontaduro (*Bactris gasipaes*) con alcohol isopropílico, para comprobar la eficiencia de la misma y que con esto se pueda aportar a la producción de estos compuestos a nivel industrial.

3. PREGUNTA DE INVESTIGACIÓN

¿Cómo optimizar el proceso de síntesis de ésteres de isopropilo a partir de aceite de chontaduro aplicando la química verde para su posible aplicación en la industria cosmética?

4. OBJETIVOS

4.1 OBJETIVO GENERAL

Realizar la optimización de la reacción de esterificación de aceite de pulpa de chontaduro (*Bactris gasipaes*) con isopropanol asistida con sonda ultrasonido.

4.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

4.2.1 Extraer el aceite de pulpa de chontaduro (*Bactris gasipaes*) con asistencia de radiación ultrasonido.

4.2.2 Llevar a cabo un método estadístico para optimizar la síntesis de ésteres de isopropilo.

4.2.3 Evaluar los productos de reacción de esterificación mediante las técnicas de infrarrojo (IR) y calorimetría diferencial de barrido (DSC).

5. FUNDAMENTO TEÓRICO Y ESTADO DEL ARTE

5.1 Chontaduro (*Bactris gasipaes*)

5.1.1 Descripción general

El chontaduro (*Bactris gasipaes*) es una palma nativa del trópico cálido húmedo de América Latina, integrada al desarrollo social de los pobladores de la Amazonía y de la región pacífico colombiana. Esta se distribuye desde Nicaragua hasta Brasil y Bolivia en zonas con alta precipitación pluvial y temperaturas superiores a los 22 °C, se encuentra a altitudes inferiores a 1.500 m.s.n.m., aunque se considera que la altitud óptima para su crecimiento está comprendida entre los 0 a 900 m.s.n.m.⁴.

Esta palma, en su madurez alcanza de 12 a 15 m de alto. Su tronco puede tener diámetros desde 10 a 25 cm. Los frutos varían de color que van desde amarillo claro a rojo en su piel o epicarpio, mientras que el mesocarpio o pulpa siempre exhibe un color anaranjado o alguna variación del mismo; estos se caracterizan por presentar formas ovoides; su tamaño oscila entre 3 y 7 cm de largo y de 2 a 6 cm de ancho; se hallan comúnmente en los racimos de la palma. La textura de la pulpa es normalmente seca y carnososa, aunque es firme. La mayoría de los frutos contienen una semilla, la cual posee una cáscara dura, oscura y en el interior se encuentra una almendra blanca muy similar en textura y apariencia al coco. Se estima que el peso total de la fruta varía entre 20 a 100 g dependiendo del ecotipo, de dicho valor se ha considerado que aproximadamente el 92% corresponde a epicarpio y mesocarpio, mientras que el porcentaje restante corresponde a la semilla. Ahora bien, de ese 92%, alrededor del 11% corresponde al epicarpio y el 81 % al mesocarpio.

El fruto es conocido por otros nombres locales o comunes, siendo los principales *cachipay*, *chonta* o *chontaduro* en Colombia y Ecuador, *pejibaye* en Costa Rica y Panamá, *pijuayo* en Perú, *piriguao* o *macana* en Venezuela y *pupunha* en Brasil⁵.

5.1.2 Épocas de disponibilidad

La palma de chontaduro empieza su fructificación de 3 a 4 años después de ser sembrada. Se presenta aproximadamente una cosecha por año y ocurre comúnmente entre los meses de diciembre y marzo con un promedio de 25 a 78 racimos de frutos anual. Cada racimo puede contener de 50 a 100 frutos⁶.

5.1.3 Producción y mercado del chontaduro en Colombia

En Colombia, MinAgricultura realizó una evaluación en el año 2016 encontrándose que el área sembrada con cultivo de chontaduro fue cerca de 11.124 ha, sin embargo, el área cosechada correspondía a 8.231 ha. La producción de chontaduro fue de 37.673 T; equivalente a un rendimiento de 4,58 T/ha, con respecto de los valores anteriores.

En la Figura 1 se puede apreciar que el departamento del Cauca se destacó como aquel de mayor producción de chontaduro en el 2016, con un total de 17.943 T, seguido del departamento del Putumayo 8.690 T y Valle del Cauca 6.651 T.

Particularmente el municipio del Tambo es muy reconocido nacionalmente por ser el mayor productor de chontaduro en el departamento del Cauca, en el mismo año su producción fue de 12.500 T ⁷.

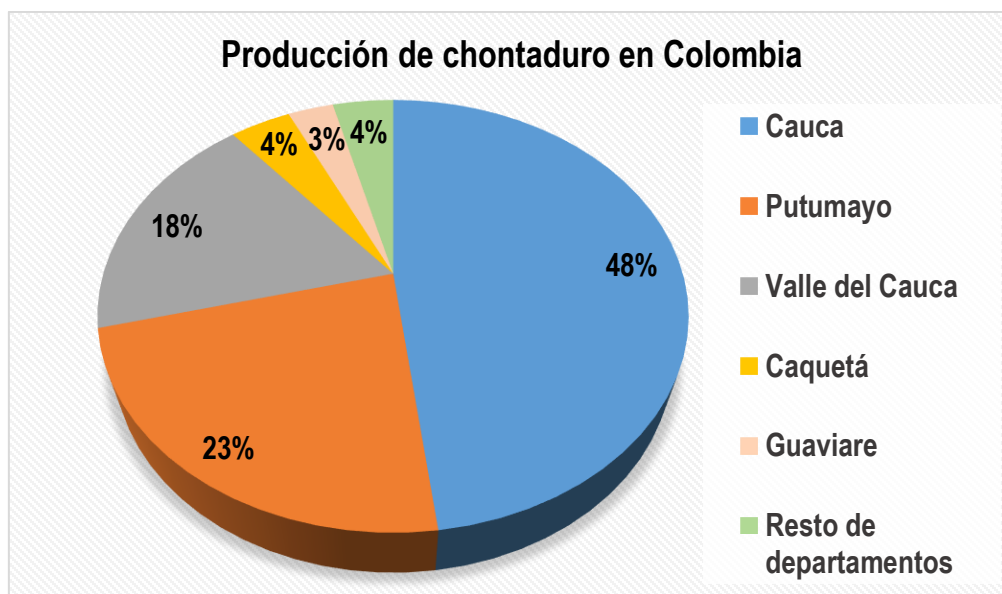


Figura 1. Participación de los principales departamentos de Colombia productores de chontaduro en 2016.

El mercado del chontaduro no ha sido desarrollado a gran escala, a pesar del alto potencial nutricional de este fruto, se utiliza de forma limitada y con una mínima transformación, comúnmente para consumo humano. Del procesamiento artesanal se obtienen productos como harina, mermelada y conserva. Sin embargo, tanto el consumo directo como el procesamiento generan grandes volúmenes de residuos que normalmente son desechados o empleados en la alimentación animal⁸.

No obstante, desde hace un tiempo, se ha manifestado un interés en el tema de la biodiversidad y biotecnología del chontaduro para impulsar la comercialización y aprovechamiento de este fruto y sus

derivados que sean competitivos, innovadores y diferenciadores con el fin de promover su venta y consumo a nivel nacional e internacional⁴.

Actualmente, se está implementando en una nueva forma que sirve como materia prima para la industria cosmética, farmacéutica y nutracéutica por contener compuestos bioactivos que pueden ser aprovechados⁶.

5.1.4 Información nutricional

La información nutricional puede cambiar notoriamente entre los diferentes tipos de palma y a pesar de las diferencias incluso entre análisis de la misma variedad de fruto, la naturaleza de la composición química del chontaduro, exhibe grandes beneficios en aporte de proteínas, carbohidratos, lípidos y minerales. “Es probablemente el alimento más balanceado del trópico”, así lo estima la Academia Nacional de Ciencias de los Estados Unidos de América⁵.

Este fruto se ha destacado por contener 8 de los 20 aminoácidos esenciales para el ser humano: leucina, fenilalanina, lisina, valina, isoleucina, treonina, metionina y triptófano. Además, es rico en vitamina A (betacaroteno) y contiene gran cantidad de ácidos grasos poliinsaturados. Dentro de los minerales que posee se encuentran calcio, potasio, magnesio, manganeso, selenio, cromo, hierro y zinc.

Un análisis proximal para cuatro variedades del fruto de chontaduro (*B. gasipaes*) en Colombia, región pacífica, fue realizado en la Universidad del Valle (rojo caucano cocinado, rojo costeño, amarillo costeño y verde costeño) cuyos resultados arrojan que el porcentaje de humedad es inferior del 10%, el porcentaje de grasa puede oscilar entre un 7 a 23 %, el contenido de proteína también es inferior al 10% el contenido de cenizas se encuentra por debajo del 2%, la fracción restante representa el contenido de carbohidratos, el cual puede oscilar entre 58 a 75% ⁵.

5.1.5 Fracción lipídica (aceite)

Dentro de la fracción lipídica del fruto, se ha encontrado a partir de estudios realizados que el ácido graso que se halla en mayor proporción en el aceite es el ácido oleico con un porcentaje entre 35 a 60%, seguido del ácido palmítico con un contenido que oscila entre 20 a 40%, en cantidades inferiores al 10% los ácidos grasos palmitoleico, linoleico, linolénico, esteárico, mirístico y puede contener trazas de láurico^{4,9}.

Teniendo en cuenta lo anterior, el perfil de ácidos grasos del chontaduro es comparable con algunas especies de importancia comercial como la oliva, girasol, palma y otras oleaginosas⁹.

5.2 MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE

La extracción de aceite a partir de productos oleaginosos de origen animal o vegetal, constituyen una rama propia y específica de la tecnología de grasas. La diversidad de las características de tales productos, obligan a adoptar métodos de extracción específicos.

Para facilitar la extracción del aceite de chontaduro, es recomendable realizar un acondicionamiento de la muestra, pues determina la eficiencia y la efectividad del método. Así, Chaparro, M (2016)¹⁰, evidenció que existe una influencia significativa sobre los rendimientos de extracción, cuando se realiza un tratamiento térmico a las muestras, obteniendo mejores resultados cuando los frutos se cocinan previamente.

De esta manera se ha considerado que el proceso de cocción de los frutos es crucial para cumplir los siguientes propósitos^{10,11}:

- Facilita la separación de frutos de los racimos.
- Facilitar la separación de cáscara y nueces de la pulpa de chontaduro.
- Ablandar tejidos del mesocarpio para lograr un fácil rompimiento de las celdas que contienen el aceite.
- Inactivar enzimas que propicien el desdoblamiento de triglicéridos y en consecuencia el incremento de ácidos grasos libres.
- Contribuir a la hidrólisis y descomposición de materiales mucilaginosos (gomas) para evitar soluciones coloidales en el aceite crudo.
- Eliminar factores antifisiológicos y antinutricionales, tales como cristales de oxalato de calcio e inhibidores de tripsina.

Dentro de los métodos de extracción que más se frecuentan, se encuentran aquellos basados en procesos químicos y físicos, como se describen más adelante en las secciones 5.2.1 y 5.2.2. Todos estos métodos tienen como objetivo, obtener el mayor rendimiento de aceite para que el proceso resulte económico, el producto posea el menor número de impurezas y finalmente que se proceda a darle su respectivo uso o aplicación¹².

5.2.1 Métodos físicos

Estos métodos se emplean comúnmente para la extracción industrial de aceites, tanto comestibles como de otros usos, ya que no se emplean reactivos tóxicos, ni materiales que puedan afectar la composición del aceite.

5.2.1.1 Prensado o extrusión

Se trata de un método de extracción mecánica, en donde el fruto debe pasar por un molino de tornillo a elevadas presiones y en un solo paso ocurre la separación del aceite de la torta proteínica, ya que la compresión provoca la reducción del volumen de la pulpa, generando la expulsión del zumo.

Se debe tener en cuenta que la materia prima debe presentar un contenido de aceite superior al 20% para que esto ocurra.

Para lograr dicha extracción, las paredes de las células oleaginosas deben romperse por lo que resulta muy importante conocer las mejores condiciones en cuanto a tamaño de la muestra, humedad, presión, frecuencia de giro del tornillo, temperatura, entre otros¹². En algunos casos es necesario un tratamiento al aceite obtenido por contener impurezas¹³.

En el caso del chontaduro, este proceso se torna bastante complejo y se requiere un diseño de prensa adecuado para tal fin, ya que las prensas convencionales vienen diseñadas generalmente para extraer aceite de semillas, más no para frutos como es este caso. La textura del mismo (harinosa) dificulta el prensado debido a que las finas partículas de la pulpa empiezan a filtrarse por los orificios del tubo extrusor generando taponamientos e impidiendo la salida del aceite.

5.2.2 Métodos químicos

5.2.2.1 Método con solventes

La extracción con solvente empleando el instrumento Soxhlet, es el método más antiguo y más empleado, considerándose incluso como una técnica estándar fundamental para evaluar el desempeño de otros métodos de extracción sólido-líquido, empleando solventes orgánicos. Cuando se realiza este tipo de extracción, la concentración de soluto en el sólido va variando con el transcurso del tiempo, refiriéndose

a un estado no estacionario de transferencia de materia entre las dos fases. El éxito de este método depende básicamente de la diferencia de solubilidad en el solvente de extracción, entre el compuesto deseado y los otros compuestos presentes en la mezcla inicial.

Una gran desventaja de la extracción por solvente es la necesidad de largos tiempos de extracción (horas) y la generación de cantidades significativas de residuos de disolventes, consecuentemente, se crean problemas medioambientales y se requiere de tratamientos de residuos que son generalmente costosos¹³.

5.2.2.2 Método enzimático

Se basa en la extracción de aceite en un medio acuoso empleando enzimas hidrolíticas, éste método no contamina el medio ambiente ya que no produce componentes volátiles, el aceite obtenido conserva su composición y mantiene sus propiedades, se reducen los índices de acidez y oxidación, lo cual aporta a la calidad del mismo; sin embargo, se requieren de tiempos prolongados para que las enzimas tengan contacto con la materia prima y puedan liberar el aceite. Este último aspecto representa una gran desventaja del método, además de que las enzimas no siempre son comercialmente disponibles o presentan costos elevados¹⁴.

5.2.2.3 Método con fluidos supercríticos

En este tipo de método, los solventes corresponden a fluidos en estado supercrítico, es decir, con temperatura y presión superiores a las condiciones críticas, cuyas propiedades son intermedias entre las de un gas y un líquido. En este estado, las tasas de transferencia de masa son mayores debido a los altos coeficientes de difusión y bajos valores de viscosidad, en comparación con los solventes líquidos convencionales¹³.

Se ha encontrado que el dióxido de carbono supercrítico es el solvente que se ha implementado con mayor frecuencia para la extracción de aceite de chontaduro, proporcionando una seguridad ambiental (no es tóxico, no es inflamable, ni corrosivo y es muy selectivo), baja temperatura crítica y presión crítica moderada⁹.

A pesar de estas propiedades favorables para la extracción de moléculas bioactivas, su principal inconveniente es el elevado costo de esta tecnología¹³.

5.2.2.4 Método acuoso

Los procesos de extracción acuosa (AEP, por sus siglas en inglés) fueron sugeridos originalmente como una alternativa a los procesos de extracción por solvente. Estos se caracterizan por su bajo costo y por ser seguros.

En el AEP, el aceite no posee alta afinidad química por el medio de extracción y, consecuentemente, no hay potencial químico para la disolución del mismo. El proceso involucra la separación cuidadosa del aceite de la superficie del agua y posterior secado del mismo para remover la humedad residual¹⁵.

Dicho proceso es muy usado en áreas rurales de muchos países en desarrollo, así como también es el método más empleado por los comerciantes del chontaduro para su venta. Es necesario recalcar que el rendimiento depende de varios aspectos como lo son la temperatura y el tiempo de extracción, sin embargo, este valor es muy inferior comparado con los demás métodos de extracción, por lo que, para obtener un volumen significativo de aceite se requieren grandes cantidades del fruto.

5.2.2.5 Método asistido por ultrasonido

La irradiación de ultrasonido causa vibraciones que se desplazan en el medio, generando expansión y compresión del material. Este movimiento oscilatorio forma burbujas o cavidades en el líquido (cavitación), donde por efecto de las ondas, la temperatura se incrementa causando la ruptura de la tensión superficial, favoreciendo con ello la solubilidad y penetración del solvente en el material vegetal, arrastrando con él, los componentes activos por diferencia de concentraciones¹³.

Este método mejora la transferencia de masa del sólido al solvente, utilizando como transporte la difusión a través de la pared celular y la convección en los poros del sólido. Las partículas sólidas y líquidas se encuentran en constante vibración y aceleración, dando como resultado el paso eficaz del soluto de la fase sólida hacia el solvente¹³. Los solventes que suelen emplearse comúnmente para este tipo de extracciones son: etanol, éter etílico, hexano e isopropanol¹⁶.

5.3 ÉSTERES ISOPROPÍLICOS DE ÁCIDOS GRASOS

5.3.1 Síntesis

Las grasas y los aceites son sustancias hidrofóbicas que se pueden encontrar ampliamente en la naturaleza. Estas se componen de: triglicéridos, ácidos grasos libres, antioxidantes, pigmentos, vitaminas y esteroides. Aproximadamente el 80% de la producción global de aceites y grasas es de origen vegetal, mientras que el 20% restante es de origen animal¹⁷.

Particularmente, los aceites de origen vegetal se han empleado con mayor frecuencia para sintetizar ésteres químicamente, como una alternativa al rápido aumento de demanda de estos en las industrias de alimentos, cosméticos, fármacos, lubricantes, biocombustibles, entre otros¹⁷. Su amplia aplicación se debe principalmente a que son compuestos biodegradables y presentan muy baja toxicidad¹⁸.

En general, los procesos industriales para la síntesis de ésteres se basan en la esterificación química convencional directa de los ácidos grasos con alcohol, en presencia de catalizadores inorgánicos (ver Tabla 1) a elevadas temperaturas y tiempos prolongados con conversiones incompletas¹⁸.

Se debe recalcar que el proceso que se basa en la conversión directa de los lípidos de triacilglicerol por alcoholes en ésteres de alquilo sin aislar primero los ácidos grasos libres, se conoce como transesterificación o alcoholólisis. La esterificación como tal es una subcategoría de la transesterificación, sin embargo, suele denominarse de manera global como reacción de esterificación¹⁹.

Tabla 1. Tipos de catalizadores homogéneos empleados en las reacciones de esterificación.

Tipos de catalizadores homogéneos	Ejemplos	Ventajas	Desventajas
Básicos	Hidróxido de sodio e hidróxido de potasio	<ul style="list-style-type: none">• Condiciones de reacción suaves.• Fácil disponibilidad de catalizador.• Alta velocidad de reacción.• Altos rendimientos de reacción.	<ul style="list-style-type: none">• Solo se emplea para aceites con contenidos de ácidos grasos libres menor al 2%, ya que se produce saponificación.• Pérdida irreversible de catalizador• Produce más aguas residuales de la depuración
Ácidos	Ácido sulfúrico y Ácido clorhídrico	<ul style="list-style-type: none">• No es susceptible a la cantidad de ácidos grasos libres y al contenido de agua en el aceite.	<ul style="list-style-type: none">• Baja velocidad de reacción.• Puede conducir a la corrosión de equipos.

		<ul style="list-style-type: none"> • Se produce esterificación y transesterificación simultáneamente. • Fácil disponibilidad de catalizador. • Se evita la saponificación. 	<ul style="list-style-type: none"> • Pérdida irreversible del catalizador.
--	--	---	---

Fuente: Hájek (2020) ²⁰.

La reacción de esterificación en medio ácido es reversible, pero el equilibrio químico se puede modificar con un exceso de alcohol y ausencia de agua, lo cual conlleva a una conversión más efectiva y consecuentemente a un mayor rendimiento¹⁹.

La estructura, peso molecular y tipo de alcohol, tienen marcada influencia en la velocidad de esterificación y grado de conversión en el equilibrio. Así, la reactividad disminuye en el siguiente sentido para los alcoholes: primarios > secundarios > terciarios. También, en la medida en que aumenta el peso molecular del alcohol su reactividad decrece; adicionalmente el tipo de sustituyente en el carbono con el grupo hidroxilo, hace que sea más o menos reactivo¹⁶.

El alcohol isopropílico o isopropanol es un alcohol secundario y, por consiguiente, las reacciones de esterificación convencionales que implican este tipo de alcohol ocurren en tiempos más largos y rendimientos generalmente muy inferiores en comparación con los alcoholes primarios porque se trata de un compuesto más impedido estéricamente²¹. A pesar de ello, se ha mostrado un gran interés en la síntesis de ésteres de isopropilo, ya que se ha impulsado su uso en el mercado, como se describirá más adelante en la sección 5.5.

Dicho lo anterior, los procesos modernos requieren, en términos generales, el desarrollo de ésteres de isopropilo en tiempos de reacción inferiores, buscando dicha intensificación con el uso de nuevas metodologías que impliquen menores costos, que consuman menos energía, en donde haya menos subproductos, que involucren reacciones más limpias y procesos más específicos.

La síntesis de ésteres isopropílicos utilizando metodologías alternativas, tales como: radiación electromagnética (microondas, radiofrecuencia) y ultrasonido, ofrecen una ruta más rápida y eficiente hacia este tipo de compuestos, con las ventajas de intensificación mencionadas en el párrafo anterior²¹.

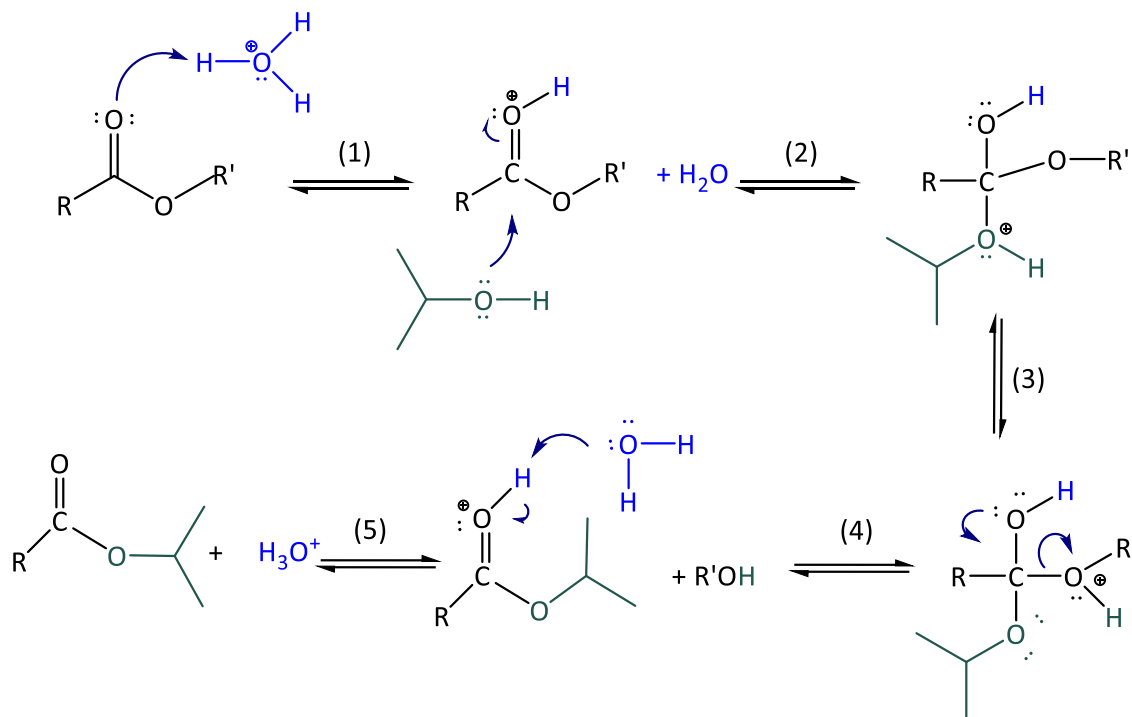
5.3.1.1 Mecanismo de reacción

La transesterificación es un tipo de reacción orgánica intermolecular en la que el grupo R'' de un alcohol se sustituye por el grupo R' de un éster. En la mayoría de los casos esto se logra con catalizadores ácidos o básicos si se trata de una catálisis homogénea.

En este caso, se trata de una transesterificación con catálisis ácida, empleando para ello ácido sulfúrico concentrado.

5.3.1.1.1 Catálisis ácida

La transesterificación catalizada por ácidos procede varias veces más lentamente que la catalizada por bases. La posible razón es que implica pasos intermedios y consecuentemente la formación de moléculas que son susceptibles a ataques nucleofílicos²², como se presenta en el Esquema 1.



Esquema 1. Mecanismo de transesterificación catalizada por ácidos.

(1) Protonación

La primera etapa corresponde a la protonación del oxígeno del grupo carbonilo por el medio ácido. La carga positiva resultante en el oxígeno lo hace más electro atrayente, activando al carbono del carbonilo hacia un ataque nucleofílico.

(2) Adición nucleofílica

La presencia de dos pares de electrones solitarios en el oxígeno del alcohol le confiere un carácter nucleofílico. Este oxígeno ejecuta un ataque nucleofílico sobre el carbono carbonílico y se une a él, dando como resultado la formación de un intermediario.

(3) Transferencia de protones

Una transferencia intramolecular de protones ocurre en el intermediario formado en la etapa anterior y la carga positiva se transmite desde el oxígeno del alcohol al oxígeno del éster.

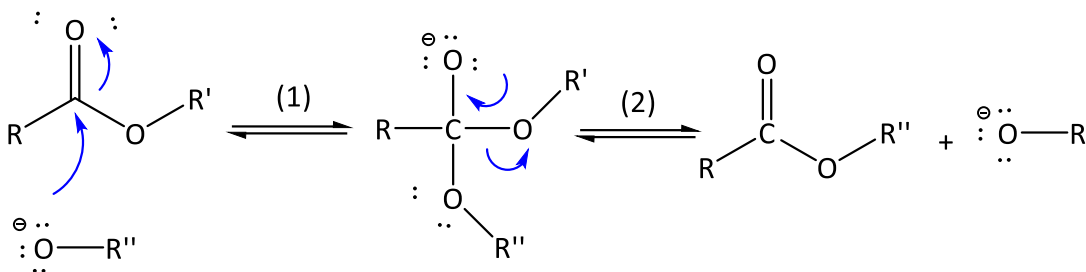
(4) Eliminación de alcohol

El oxígeno protonado actúa como grupo saliente y se rompe el enlace carbono-oxígeno. El átomo de oxígeno retiene el par de enlaces y la carga positiva se transmite a través del carbono del carbonilo al oxígeno del carbono, eliminando un grupo alcohol que es diferente del alcohol inicial. En este punto hay que tener en cuenta que cuando se trata de triglicéridos, como es el caso, en este paso se elimina glicerol.

(5) Formación de éster

En esta última etapa se puede apreciar que el oxígeno del carbonilo cargado positivamente en el éster se desprotona, dando el producto de éster de isopropilo y el ácido regenerado¹⁸.

5.3.1.1.2 Catálisis básica



Esquema 2. Mecanismo de transesterificación catalizado por bases.

A continuación, se describen las etapas del mecanismo que se presenta en el Esquema 2:

(1) Adición nucleofílica

El alcohol es desprotonado por el medio básico, resultando en la formación de un ion alcóxido. Este alcóxido ejecuta un ataque nucleofílico sobre el carbono carbonílico del éster, lo que resulta en la formación de un intermedio. El doble enlace entre el carbono carbonílico y el oxígeno se rompe y la carga negativa se transfiere al oxígeno carbonílico.

(2) Eliminación de alcóxido

El grupo R' del reactivo éster inicial, sirve como grupo saliente y se elimina del intermedio. El oxígeno, mantiene el par electrónico de enlace, dando como resultado un nuevo alcóxido. Finalmente, se vuelve a formar el doble enlace entre el carbono carbonílico y el oxígeno cargado negativamente.

5.4 PRINCIPIOS DE ULTRASONIDO

Cuando se habla de ultrasonido, se hace referencia a un tipo de radiación que utiliza ondas acústicas de frecuencia superior al límite de audición humano (generalmente ≥ 16 kHz) como se evidencia en la Figura 2, las cuales, se transmiten a través de un medio físico en ciclos de compresión que implica la contracción de las ondas (aumento de presión) y la expansión como fenómeno inverso (disminución de presión), ver Figura 3. Para que esto ocurra, se requiere de un medio elástico (aire, agua o cuerpos sólidos) y no rígido, pues las ondas sonoras no se propagan en el vacío¹³.

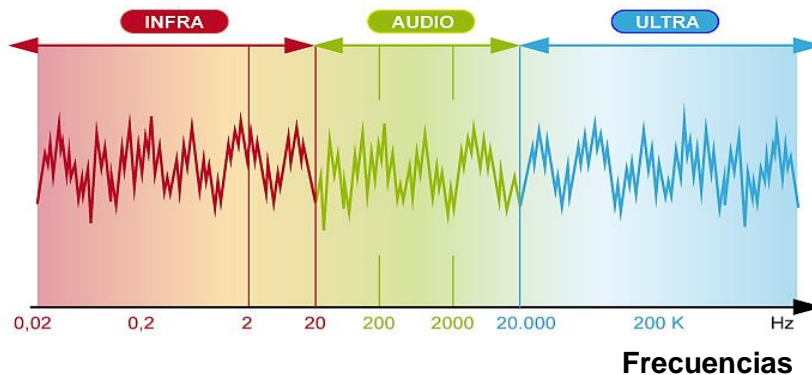


Figura 2. Clasificación de los sonidos conforme a la frecuencia.

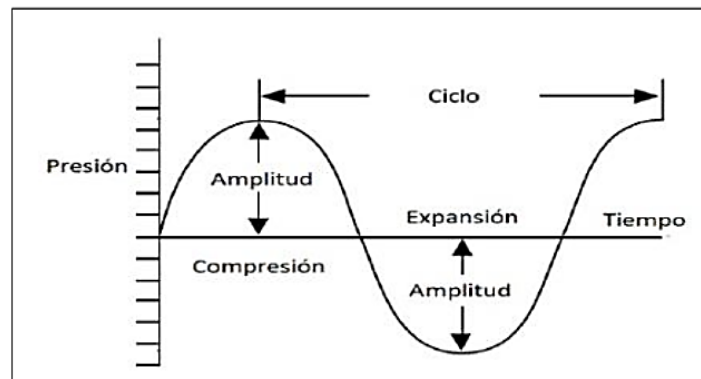


Figura 3. Fenómeno de compresión y expansión de una onda.

La existencia del ultrasonido se conoce desde el año 1883, por los trabajos realizados por Galton relacionados con los límites de audición humana. Los progresos en la teoría y aplicaciones de ultrasonido llevan un crecimiento exponencial desde hace algunos años, existiendo una enorme variedad de instrumentos que responden a especificaciones muy concretas. El interés práctico por este tipo de radiación reside, bien sea en el aprovechamiento de la energía transmitida, o bien en el análisis del rayo sonoro una vez que se hace pasar por un medio.

Las aplicaciones del ultrasonido cubren una gama muy amplia de posibilidades que abarcan reacciones químicas, detección de defectos y espesor en materiales metalúrgicos, soldaduras, en medicina, bioquímica, acústica subacuática, entre otros¹³.

5.4.1 Clasificación de ultrasonidos en función de la frecuencia de propagación

Los ultrasonidos pueden clasificarse en función de la frecuencia de propagación de la siguiente manera:

5.4.1.1 Ultrasonido de señal

Se trata de la energía transmitida al medio de baja intensidad y frecuencia alta, la cual no induce cambios en el sistema. Se caracteriza por presentar frecuencias comprendidas entre 100 kHz a 1 MHz e intensidades inferiores a 1W/m^2 . Dentro de las aplicaciones de este tipo de ultrasonido se encuentran las imágenes médicas, sondeos submarinos, reología, entre otros¹³.

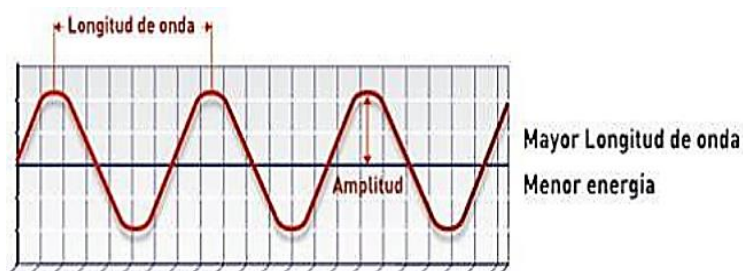


Figura 4. Ultrasonido de señal de baja intensidad y alta frecuencia.

5.4.1.2 Ultrasonido de potencia

El ultrasonido de potencia consiste en producir efectos permanentes, utilizando la mayor energía ultrasónica y menor longitud de onda sobre el medio en el que se propagan. Además, tiene la capacidad

de producir cambios en las propiedades físicas, mecánicas, químicas y/o bioquímicas del material o proceso en el que se aplican. Se caracterizan principalmente porque las frecuencias oscilan entre los 20 y 100 kHz y su intensidad es superior a 1 W/m². Se aplica generalmente en la remoción de contaminación biológica, extracción por solventes de compuestos orgánicos en materiales vegetales, fermentación, polimerización, entre otros¹³.

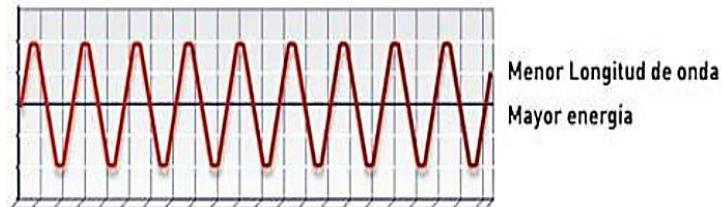


Figura 5. Ultrasonido de alta intensidad y baja frecuencia.

5.4.2 Efectos de ultrasonido de potencia

Los efectos que pueden producir las ondas ultrasonido transmitidas en el medio de propagación son¹³:

5.4.2.1 Cavitación

Hace referencia al proceso por el cual se forman, expanden y colapsan implosivamente burbujas como consecuencia del paso de las ondas ultrasonido a través del medio, debido a que se generan desplazamientos longitudinales con una serie de compresiones y rarefacciones en las partículas, como se ve en la Figura 6²³.

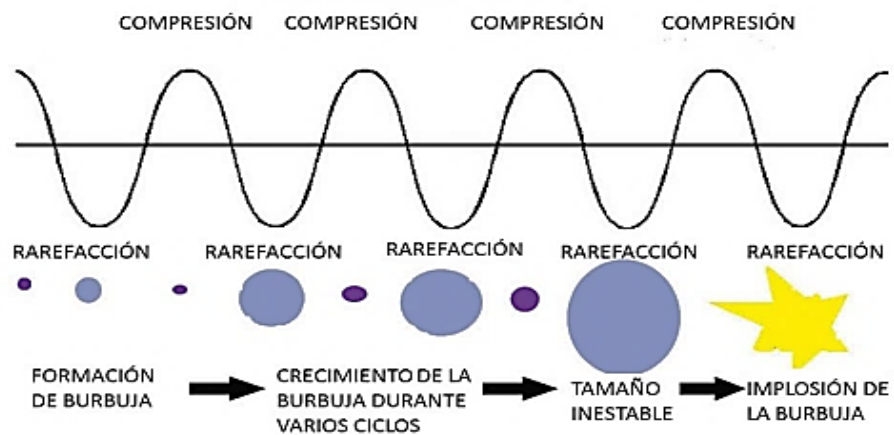


Figura 6. Representación del proceso de cavitación²³.

Cuando la implosión de burbujas se produce cerca de la superficie del sólido, se genera una corriente del líquido hacia el interior de la burbuja (microjet) que puede golpear en el sólido si se dirige hacia él (ondas de choque), lo cual causa rotura o fragmentación de las capas externas del sólido que da lugar a la reducción del tamaño de partícula y facilitando la transferencia de materia entre el líquido y el sólido, tal como se puede apreciar en la Figura 7.

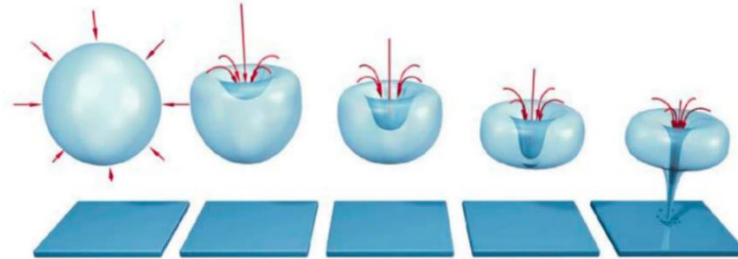


Figura 7. Esquema de formación de microjet por cavitación²⁴.

La exploración de microjet será útil, por ejemplo, para realizar extracciones sólido líquido de compuestos naturales y se han empleado además para la limpieza de materiales²³.

5.4.2.2 Calentamiento

La propagación de ondas ultrasónicas en el medio provoca que todas las partículas del mismo se encuentren en vibración constante. La resistencia de las partículas a esa vibración (viscosidad) produce la conversión de la energía acústica en calor¹³.

5.4.2.3 Microagitación

La microagitación se genera por la interacción de las ondas ultrasonido que viajan a través de un fluido que se encuentra en contacto con un sólido, de modo que este fenómeno solo ocurre en las interfaces líquido-sólido¹³.

5.4.2.4 Efecto esponja

Cuando en el medio hay un sólido, las compresiones y descompresiones de las ondas ultrasonido, producen el llamado “efecto esponja” del sólido. Este efecto conduce a la formación de microcanales en las células del material, provocando fugas del contenido intracelular a los alrededores¹³.

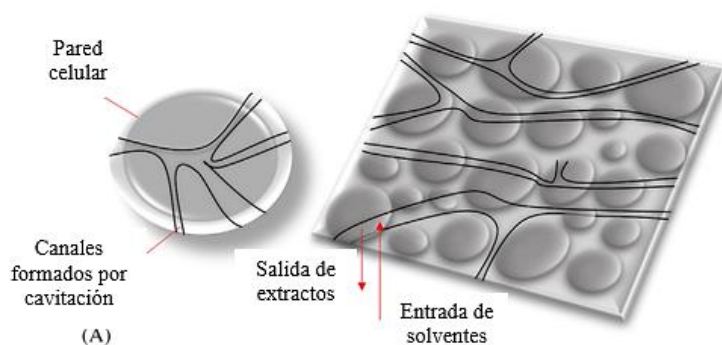


Figura 8. Representación gráfica del efecto esponja por cavitación²³.

5.4.2.5 Trasterencia de masa

La transmisión acústica es el movimiento del líquido no cavitante sónicamente debido a la conversión de la energía del sonido en energía cinética. Estos efectos sumados al fenómeno de cavitación promueven la transferencia de masa en el sistema sólido-líquido, como se ha descrito en párrafos anteriores¹³.

5.4.3 Dispositivos ultrasonidos típicos utilizados en laboratorios.

Las ondas ultrasónicas se pueden utilizar en química analítica de dos maneras: directamente a la muestra o indirectamente a través de las paredes del recipiente que contiene la muestra.

La aplicación directa es posible mediante el uso de sondas ultrasónicas, las cuales se sumergen en la muestra y los ultrasonidos se esparcen en la solución sin ninguna barrera que trascender que no sea el propio medio. Sin embargo, existen algunas desventajas: posible contaminación de la muestra con metales (por ejemplo: aluminio) y pérdida de compuestos volátiles si se trata de sistemas abiertos ²³.

La aplicación indirecta se realiza mediante un baño de ultrasonidos o un sonoreactor, en donde la onda ultrasónica necesita primero atravesar el líquido dentro del aparato de ultrasonido, luego cruzar la pared del recipiente que contiene la muestra y posteriormente interactuar con la misma. Lo anterior, provoca que la intensidad del ultrasonido dentro del recipiente de la muestra sea inferior a la esperada.

5.4.3.1 Baño ultrasónico

El baño ultrasónico es el tipo de dispositivo ultrasónico más conocido en los laboratorios y consta generalmente de un tanque de acero inoxidable con uno o más transductores ultrasónicos. Hoy en día, se reconocen tres tipos de baños ultrasónicos: Frecuencia única, multifrecuencia y avanzado (aquel que opera a varias frecuencias de sonicación, se puede controlar la potencia desde 10 a 100% y funciona con diferentes modos de operación como son: barrido, estándar o desgasificador)²³.

La distribución de la intensidad de los ultrasonidos es heterogénea, por lo que el recipiente de reacción debe ubicarse en la posición donde se alcance la mayor intensidad de sonicación, lo cual depende a su vez de la forma del recipiente, así como también del grosor del material que se introduzca en el baño, ya que entre mayor sea el grosor, mayor será la atenuación de las ondas²³.

5.4.3.2 Sonda ultrasónica

Se trata de una poderosa herramienta, capaz de sumergirse en muestras y liberar ondas ultrasonido con intensidad, la cual suele ser aproximadamente 100 veces mayor que un baño de ultrasonido.

La forma y el diámetro de la sonda tienen un impacto significativo en el aumento de la potencia. Hay varios tipos de formas de sonda, las cuales se exhiben en la Figura 9.

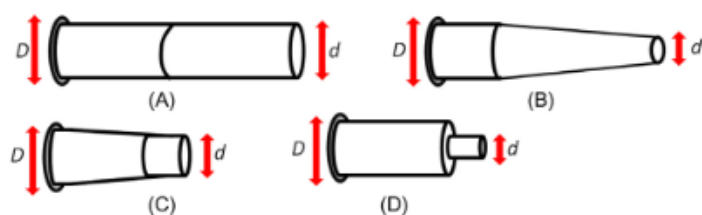


Figura 9. Formas de sonda ultrasónica: (A) Cilindro uniforme (B) Conicidad exponencial (C) Cono lineal (D) Escalonada o de sombrero²³.

5.5 ESTUDIOS PREVIOS

El fruto *B. gasipaes* ha sido un alimento muy estudiado en América Latina principalmente, debido a que es donde la región donde se cultiva tradicionalmente. Se han reportado estudios relacionados con su

composición (epicarpio, mesocarpio y semilla), con el clima y ubicaciones geográficas óptimas para su producción, tal como se mencionó anteriormente.

Dentro de los estudios relacionados sobre la composición, existe un interés particular tanto en el contenido de carotenoides como en la fracción lipídica de este fruto y en las técnicas de extracción.

Centrándose en la fracción lipídica, Chaparro (2011)¹⁰, estudió la obtención del aceite de residuos del fruto, aplicando la técnica convencional soxhlet con solventes como hexano y éter de petróleo, idea relacionada con el aprovechamiento de biomasa en la Universidad del Valle, partiendo de variedades de residuos provenientes del Tambo (Cauca).

Restrepo, Estupiñan y Colmenares (2016)⁹, hicieron un estudio comparativo de las fracciones lipídicas de *B. gasipaes Kunth* cosechados en diferentes localidades del pacífico colombiano (Cauca, Valle del Cauca y Nariño). Dichas fracciones, fueron obtenidas por extracción soxhlet con hexano como solvente y extracción con CO₂ como fluido supercrítico, determinando mayores rendimientos con el último método mencionado con valores entre 4,03 y 8,28% p/p, en comparación al método soxhlet con valores entre 1,50 y 2,73% p/p.

Por otra parte, Ruiz (2017)¹², realizó un diseño efectivo de un molino extrusor para la extracción de aceite de *B. gasipaes*, idea que surgió como una necesidad de los habitantes de la ciudad RIOJA (región amazónica, Perú) tras la falta de maquinaria y presupuesto para la extracción de dicho aceite en tiempos cortos, con el fin de aumentar la producción de aceite diario para su comercialización por su alto valor nutricional.

Micanquer y Pinzón (2017)²⁵, estudiantes de Doctorado y Maestría en Biotecnología, extrajeron aceite de semilla de chontaduro aplicando el método de extracción acuosa enzimática, que usa un complejo de enzimas celulasas (Viscozyme), cuya función es mejorar los rendimientos de extracción. En ese sentido, el rendimiento de extracción sin el uso de enzimas fue de 10,36% p/p y con el tratamiento enzimático fue de 14,02% p/p.

No obstante, no se han encontrado reportes acerca de la extracción del aceite de este fruto aplicando técnicas asistidas con ultrasonido, por ende, no hay información que relacione la influencia de esta técnica sobre el rendimiento de extracción y las propiedades que posea el aceite extraído. Por tal razón, uno de los enfoques de este trabajo fue evaluar los aspectos mencionados en este párrafo y comparar con las técnicas aplicadas por otros investigadores.

Ahora bien, se han evidenciado usos o aplicaciones diferentes a consumo humano o animal de la fracción lipídica del chontaduro. Así, por ejemplo, Valencia (2014)⁴, contribuyendo a la producción de polímeros a

través de recursos renovables, presentó un estudio de la obtención de tres materiales poliméricos a partir del aceite del fruto de chontaduro, dos de ellos con anhídrido 1,2-ciclohexanodicarboxílico a diferentes proporciones (100% y 75%) y uno con anhídrido maleico (100%) a través de reacciones de curado.

Si bien, las propiedades características de los aceites determinan su aplicación en áreas específicas, éstas se mejoran modificando a los ésteres de sus ácidos grasos. Por ejemplo, la introducción de cadenas ramificadas mejora el comportamiento en frío de los aceites disminuyendo consecuentemente el punto de congelación de los mismos²⁶. De esta manera, los ésteres de ácidos grasos de aceites resultantes de reacciones de transesterificación con alcoholes, han tenido como objetivo principal la producción de biodiesel y biolubricantes, representando una alternativa a aquellos que convencionalmente provienen del petróleo²⁶.

Chalarca, Arciniegas, Cruz y Betancourth (2018)²⁷, identificaron que por las propiedades del aceite de este fruto se puede aprovechar en la industria cosmética, para lo cual, aplicaron el método “Delphi”. Dicho lo anterior, fue necesario recurrir a expertos en el área, quienes evaluaron las alternativas planteadas como posibles productos a desarrollar a base de dicho aceite. Así, se seleccionó al champú como un producto para incorporar este aceite, considerando que el 82,29% de las personas encuestadas en el estudio del mercado estarían dispuestas a comprar el producto.

Además, existe información acerca de que los ésteres de alquilo funcionan muy bien en la industria cosmética, primordialmente como agentes acondicionadores de la piel, e incluso algunos pueden tener funciones adicionales tales como conservantes, emolientes, emulsificantes, solventes o plastificantes^{28,29}.

Un informe de Personal Care Products Council (2012)²⁸ indica que el miristato de isopropilo es uno de los ésteres con más usos informados (1149), seguido del palmitato de isopropilo (999). Se estima que el miristato de isopropilo se usa en altas concentraciones en formulaciones cosméticas para aplicación al cuerpo y las manos, según la encuesta en un 77,3%; en otras ayudas para el cuidado del cabello en un 76,6% y en formulaciones desodorantes en un 23% aproximadamente.

De acuerdo a lo comentado en la sección 5.1.5 (Fracción lipídica del aceite), se considera que puede representar una buena alternativa la obtención de ésteres de isopropilo a partir del aceite de chontaduro. Ahora bien, no se conocen informes o estudios acerca de esto en Colombia, por lo que se puede incentivar a la investigación del tema a futuro e incluso a implementarlo como un aporte a la industria cosmética del país y/o de la región.

6. METODOLOGÍA

6.1 ADQUISICIÓN DE MUESTRAS

Los frutos de *B. gasipaes* se adquirieron en el mercado del Barrio Bolívar, ubicado en la ciudad de Popayán, departamento del Cauca; en el mes de mayo de 2022. Estos, fueron cosechados en el Tambo Cauca, más específicamente en el corregimiento Cuatro Esquinas, localizado a una altura de 1269 m.s.n.m con una temperatura entre 22 y 28 °C y una humedad relativa entre 70 y 80%. Se utilizaron racimos de variedad roja (Imagen 1), puesto que según la literatura es la variedad que contiene mayor cantidad de aceite⁵. El costo por racimo fue de \$20.000 a la fecha, es decir de aproximadamente \$5.000 por Kg del fruto.



Imagen 1. Chontaduros variedad Cauca rojo.

6.1.1 Tamaño de la muestra

8 kg de chontaduro fueron empleados a lo largo de este trabajo experimental.

6.1.2 Selección de la muestra

Frutos maduros, rojos, en buen estado de conservación (Imagen 2A), libres de daños por larvas, microorganismos o traumas mecánicos (Anexo 11.1).

Los frutos seleccionados presentaron un diámetro radial promedio de $3,6 \pm 2$ cm (Imagen 2B), diámetro longitudinal de $3,9 \pm 1$ cm y una masa promedio de $33,3 \pm 5$ g.

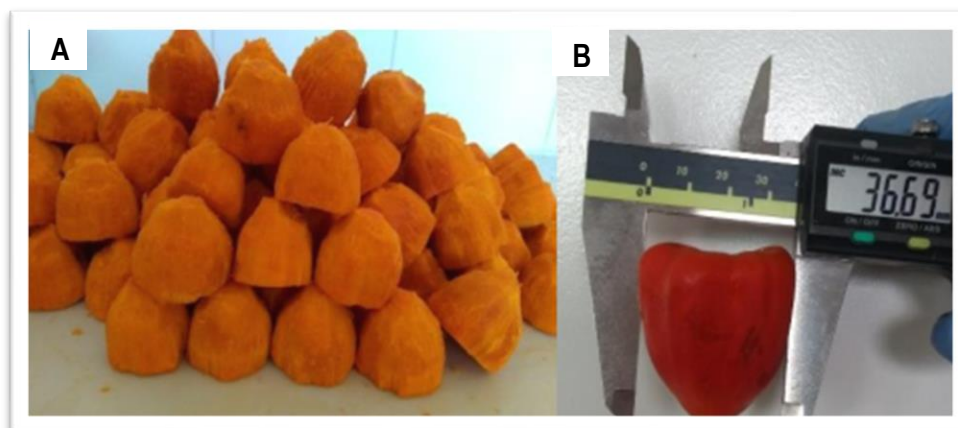


Imagen 2. Chontaduros seleccionados para el trabajo de grado.

6.2 ACONDICIONAMIENTO DE LAS MUESTRAS

La Figura 10, representa las etapas previas desarrolladas para la extracción del aceite de *B. gasipaes*, posterior a la selección. En primer lugar, se cocinaron los frutos durante 60 minutos, empleando 4 L de agua por cada racimo. Luego, se procede a separar manualmente la cáscara y la semilla de cada fruto empleando un cuchillo de acero inoxidable, para posteriormente poner a secar la pulpa en un horno de convección (aire circulante) de marca Memmert a 60 °C, durante 15 h, con un 50% de aire, hasta alcanzar un porcentaje de humedad del 5% aproximadamente, para evitar la probabilidad de contaminación por microorganismos durante el almacenaje previo a la etapa de extracción del aceite.

La pulpa fue sometida a molienda en un molino de cuchillas marca Willey, hasta obtener harinas, esto con el objeto de aumentar el área de contacto del solvente en la extracción. Finalmente se almacenó en bolsas de polietileno con cierre hermético a temperatura ambiente hasta su posterior uso para extracción de aceite y análisis proximal.

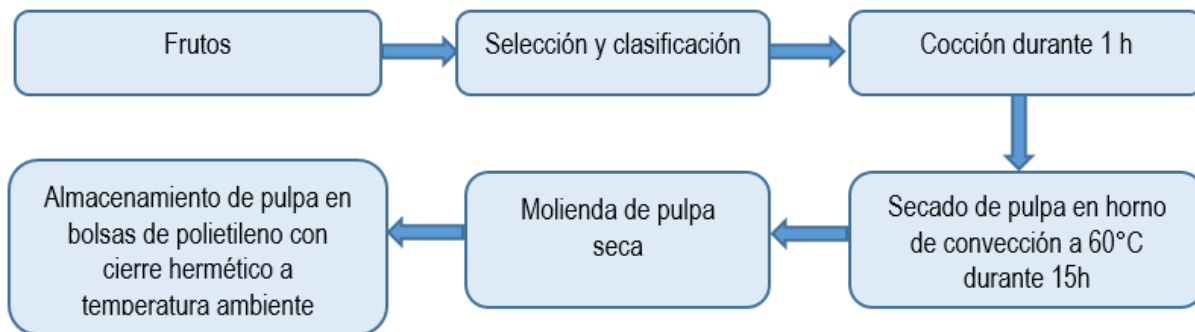


Figura 10. Diagrama de bloques de las etapas previas desarrolladas para la extracción de aceite de *Bactris gasipaes*.

6.3 ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL DE LA PULPA SECA DE CHONTADURO

Se efectuó la evaluación de humedad, proteína, lípidos totales, cenizas y contenido de fibra a la muestra obtenida en la sección 6.2. Dichos análisis se determinaron por duplicado según las técnicas estandarizadas de la Association Official of Analytical Chemistry (AOAC), 2012 (Tabla 2). El contenido total de carbohidratos se calculó como diferencia de un total de 100%. Cabe resaltar que se partió de la muestra que se empleó directamente para la extracción, es decir, de una muestra previamente seca (humedad entre 5-8%).

Tabla 2. Métodos utilizados en el análisis bromatológico de la pulpa de chontaduro.

Ensayo	Método AOAC
Humedad	925,10
Proteína	920,87
Lípidos totales	922,06
Cenizas	923,03
Fibra	945,18

6.4 EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO EL MÉTODO SOXHLET

Para la extracción de aceite por el método Soxhlet, primeramente, se desengrasó todo el material a emplear. Seguido de esto, se pesaron 30,02 g de muestra seca obtenida de la sección 6.2 en el dedal y se empleó hexano como solvente (Supelco, Merck, Darmstadt Alemania), en una cantidad de 298,36 g,

para una relación muestra: solvente de 1:10 en peso. La temperatura de la plancha se fijó a 200 °C y en cuanto se observó la primera gota se empezó a tomar el tiempo para un total de 3 h de extracción.

6.5 EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO (USAE)

Se realizó la extracción sólido-líquido asistida con sonda ultrasonido (USAE). Se empleó un sonicador marca Qsonica modelo Q700 (700 Watts) con una sonda de diámetro 1/8" con forma de cilindro uniforme. El solvente utilizado para tal propósito fue n-hexano (Supelco, Merck, Darmstadt Alemania).

Se planteó un diseño de extracción de acuerdo con las capacidades de funcionamiento del equipo, así como también según los materiales disponibles, el cual se presenta en la sección de resultados.

En este caso, para la extracción de aceite de pulpa de *B. gasipaes* se trata de un DBB de tres factores (variables de entrada A, B, C) que son: Relación solvente: muestra, amplitud y tiempo de pulso de ultrasonido. Ahora bien, cada factor consta de tres niveles que corresponden a bajo, medio y alto; (-1, 0 y 1 respectivamente) tal como se exhibe en la Tabla 3. La variable de respuesta es el porcentaje de rendimiento (en peso) de aceite extraído de pulpa de *Bactris gasipaes*.

Se plantearon 15 experimentos (corridas base), a los cuales se les realizó una réplica, para un total de 30 experimentos de extracción, con 6 puntos centrales incluidos.

El programa empleado para la realización del DBB/RSM fue Minitab Statistical Software, el cual muestra el orden estadístico aleatorio con sus respectivas condiciones para efectuar los experimentos.

Hay que resaltar que el factor Relación solvente: muestra, se trata de una proporción en peso de la cantidad de solvente, respecto a la cantidad de muestra. Así, por ejemplo, si la relación es 6:1 corresponde a 6 partes de solvente por 1 parte de muestra, por lo cual el número 1 no se escribió en las Tabla 3 y 5.

Tabla 3. Factores y niveles considerados para realización de diseño experimental Box-Behnken para la extracción de aceite de pulpa de *Bactris gasipaes*.

Factor	Nombre	Niveles		
		-1	0	1
A	Relación solvente: muestra (p/p)	6	8	10
B	Amplitud (%)	20	25	30
C	Tiempo de pulso (s)	20	25	30

Para cada ensayo se fijó una cantidad de pulpa de *Bactris gasipaes* de 30 g aproximadamente y se varió la cantidad de solvente de acuerdo con las especificaciones del diseño de experimentos, siendo estos valores de 180, 240 y 300 g para las proporciones 6, 8 y 10 respectivamente (las masas de cada experimento se encuentran en el Anexo 11.2). Finalmente se filtró el sólido aplicando la técnica de filtración al vacío, con un papel filtro de Whatman de 125 mm, luego se rotaevaporó el solvente en un baño termostático a 40 ± 5 °C y presión de 300 mbar, hasta apreciar que no había condensación del solvente en el serpentín del condensador, a pesar de disminuir continuamente la presión del equipo (Marca BUCHI). Lo anterior con el fin de obtener la masa del aceite y consecuentemente reportar el rendimiento de la extracción.

6.5.1 Montaje de extracción asistida con sonda ultrasonido (USAE)

En la Imagen 3, se puede apreciar el montaje empleado para la extracción de aceite de pulpa de *Bactris gasipaes*.



Imagen 3. Montaje de extracción de aceite de pulpa de *B.gasipaes* asistida con sonda ultrasonido (USAE).

Para el montaje de extracción se empleó un baño termostático, un balón de tres bocas, una sonda ultrasonido conectada a una fuente de poder, un condensador y un termómetro. El baño termostático se fijó a una temperatura de 60 °C, sin embargo, la temperatura interna en el balón de fondo redondo en donde se encontraba la muestra, sólo alcanzó una temperatura máxima de 55 °C.

6.5.2 Rendimiento de extracción de aceite

El rendimiento de la extracción del aceite de la pulpa de *Bactris gasipaes*, se obtuvo por medio de la Ecuación 1.

$$\%R = \frac{M_2}{M_1} * 100$$

Ecuación 1. Determinación del rendimiento de extracción de aceite.

Donde:

%R es el porcentaje de rendimiento de extracción de aceite.

M₂ es la masa final del aceite (g).

M₁ es la masa inicial de pulpa de *Bactris gasipaes* empleada (g).

6.6 REQUERIMIENTOS FÍSICOQUÍMICOS NORMATIVOS PARA EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO EXTRAÍDO.

Se evaluó la calidad del aceite obtenido en la sección 6.5, a partir de los valores de los índices de: acidez, saponificación, e índice de yodo, los cuales se determinaron por triplicado según las técnicas estandarizadas de la American Oil Chemists Society (AOCS), como se muestra en la Tabla 4. Las fórmulas para cada evaluación se exhiben en el Anexo 11.3. Además, se midió el índice de refracción del aceite en un refractómetro marca Reichert-Jung.

Se midió el color superficial de 3 muestras de aceite de chontaduro, utilizando un colorímetro marca CLORFLEX EZ de HunterLab, con coordenadas de espacio de color adimensionales CIELab (L*, a* y b*). L* hace referencia a la luminosidad (0 es negro y 100 es blanco); a*, el color rojo (valores positivos) o verde (valores negativos) y b*, el color amarillo (valores positivos) o azul (valores negativos). Se usó un iluminante estándar D₆₅ y el ángulo de observador a 10°. El software integrado de HunterLab muestra al instante los datos de color mencionados anteriormente.

El contenido de carotenoides se evaluó cualitativamente mediante HPLC. Se empleó el equipo HPLC Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 series, equipado con detector de arreglo de diodos y automuestreador. El detector se programó en un rango de longitudes de onda de detección entre 450 y 500 nm. Se tomó una muestra de 200 µL de aceite y se diluyó con hexano (Supelco, Merck, Darmstadt Alemania). La separación se realizó en una columna C18 Raptor, Restek, con fase estacionaria de octadecilo, la cual presentaba las siguientes dimensiones: 4,6 x 150 mm, con tamaño de partícula de 2,7

μm . La fase móvil fue una mezcla de ACN, MeOH y Hex en la proporción 90:8:2, respectivamente, en un sistema isocrático. El caudal fue de 1,5 mL/min y la temperatura de la columna se ajustó a 20 °C.

Tabla 4. Técnicas para el análisis de las propiedades fisicoquímicas del aceite de pulpa de chontaduro.

Índice	Técnica AOCS
Saponificación	Cd 3-25
Acidez	Cd 3d-63
Yodo	Cd 1d-92

6.7 DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS PRESENTES EN EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO

La determinación y cuantificación de triglicéridos se realizó, en la empresa TEAM FOODS (Bogotá), de acuerdo con el método oficial de la AOCS Ce 5-86, el cual consiste en separar un grupo de triglicéridos con el mismo número de átomos de carbono bajo condiciones de temperatura programada por cromatografía de gases acoplada a detector de masas. Las medidas se basan en las señales obtenidas y la composición de triglicéridos se expresa como un porcentaje relativo al total de estos compuestos en la muestra.

La determinación y cuantificación de ácidos grasos se realizó en la misma empresa, de acuerdo con el método oficial de la AOCS Ce 1c - 89, el cual consiste en separar los isómeros trans y los isómeros cis y cis interrumpidos por un grupo metileno de los ácidos grasos por cromatografía de gases acoplada a detector de masas. Para tal determinación primeramente es necesario aplicar el método oficial de la AOCS Ce 2-66 para la preparación de ésteres metílicos de ácidos grasos, en el cual se pesan 250 mg de aceite y se procede a realizar una hidrólisis con 6 mL de NaOH 0.5 N seguido de la adición de 7 mL de BF₃, luego se conecta el sistema a un condensador y se deja a ebullición durante 2 min. Posteriormente, se agregan 2 mL de hexano y se vuelve a conectar para que ebulle durante 1 min. Finalmente, se desconecta todo el montaje y se agregan 15 mL de solución saturada de NaCl. Se agita la mezcla y se separa la fase orgánica, la cual se seca con Na₂SO₄ anhidro y dicha solución se inyecta en el cromatógrafo de gases.

6.8 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO POR CALORIMETRIA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

Para tal determinación se emplea N₂ para purgar la celda DSC y el enfriamiento para la misma se logra con un accesorio de enfriamiento de nitrógeno líquido. Se pesaron de 6 ± 2 mg de muestra en cada celda, luego se sellaron. En primer lugar, se lleva la temperatura a -60 °C, realiza una isoterma durante 5 minutos y posteriormente aumenta la temperatura hasta 200 °C en una rampa de 10 °C/min, los resultados indican el flujo de calor normalizado Q (W/g). Para el uso del equipo se empleó el software de TA instruments y se empleó el equipo DSC25 de la serie Discovery, TA instruments.

Los resultados de esta caracterización para el aceite de chontaduro extraído con asistencia de sonda ultrasonido se compararon con el aceite extraído por el método Soxhlet.

6.9 ESTABILIDAD OXIDATIVA DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

El calorímetro marca Discovery DSC 25 se calibró con indio puro que indica una temperatura de 158,3 °C y una entalpía normalizada de 29,38 J/g.

La técnica de calorimetría diferencial de barrido (DSC) para evaluar la estabilidad oxidativa, implicó la oxidación de las muestras de aceite extraído con asistencia ultrasonido, en una celda o pan de DSC, fijando 6 temperaturas isotérmicas diferentes: 120, 130, 140, 150, 160, 170 °C.

Por otra parte, la estabilidad oxidativa del aceite de chontaduro extraído por el método convencional Soxhlet se evaluó a partir de 5 temperaturas isotérmicas: 130, 140, 150, 160 y 170 °C.

Para lo anterior, se pesaron muestras de aceite de 5 ± 2 mg en panes de aluminio de TA instruments (Tzero Hermetic Lid) sellados herméticamente con un orificio en la tapa de cada uno para permitir la difusión del gas respectivo. Se empleó nitrógeno (99,9%) para acondicionar la celda a 50 mL/min hasta alcanzar la temperatura de la isoterma y seguido de ello oxígeno (99,8%), el cual pasó a través del recinto de la muestra a 50 mL/min. La velocidad de calentamiento o rampa fue de 10 °C/min.

6.10 ESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO CON ISOPROPANOL ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO

Se realizó el mismo montaje que se exhibió en la Sección 6.5.1. Para efectuar las reacciones, se empleó isopropanol (Supelco, Merck, Darmstadt Alemania) y ácido sulfúrico concentrado (Sulpeco, Merck, Darmstadt Alemania) como catalizador.

Se planteó un nuevo diseño de experimentos Box-Behnken, el cual se conformó de tres variables de entrada que fueron: amplitud de ultrasonido (%), tiempo de pulso ultrasonido (s) y cantidad de isopropanol (mol). Se realizó el diseño con 15 experimentos base y cada uno tenía su respectiva réplica, para un total de 30 experimentos en total, de manera aleatoria con el programa Minitab Statistical Software, incluidos 6 puntos centrales. Los niveles de cada factor se expresan en la Tabla 5.

La variable dependiente o variable de respuesta fue el porcentaje de rendimiento de ésteres de isopropilo, enfocado al palmitato de isopropilo, respecto de la cantidad inicial del ácido palmítico.

Por otro lado, se fijó la cantidad de catalizador (H_2SO_4) a 2 mmol para todos los experimentos planteados y no se exhibe este valor en la Tabla 5 porque no corresponde a una variable del diseño de experimentos.

Tabla 5. Factores y niveles considerados para realización de diseño experimental Box-Behnken para la esterificación de aceite de pulpa de *B. gasipaes* con isopropanol.

Factor	Nombre	Niveles		
		-1	0	1
A	Amplitud (%)	30	40	50
B	Tiempo de pulso (s)	20	30	40
C	Cantidad de isopropanol (mol)	0,4	0,5	0,6

6.10.1 Rendimiento de esterificación

El rendimiento de la reacción de esterificación, se obtuvo por medio de la Ecuación 2.

$$\% \text{Rendimiento de reacción} = \frac{C_{ei}}{C_{ai}} * 100$$

Ecuación 2. Rendimiento de reacción de esterificación.

Donde:

C_{ei} es la concentración del éster de isopropilo (%).

Cai es la concentración del ácido graso inicial correspondiente al éster de isopropilo (%).

6.10.2 Aislamiento de ésteres de isopropilo

Después de la realización de cada ensayo se neutralizó cada mezcla de reacción (pH=7), empleando un pH-metro marca HANNA y una solución de Na₂CO₃ al 10%. Luego, se rotaevaporó el exceso de isopropanol remanente de la reacción a una presión de 100 mbar, en un baño termostático a 50 °C, hasta apreciar que no había más destilación de este solvente al disminuir la presión. Seguido de ello se adicionaron 50 mL de agua desionizada y 50 mL de hexano a cada mezcla de reacción, posteriormente se transfirió a un embudo de separación. El proceso se realizó tres veces con lavado de hexano (para un total de 150 mL), luego se combinaron los extractos orgánicos y se filtró a través de una columna con Na₂SO₄ anhidro. Por último, se rotaevaporó el hexano a 40 °C con una presión de 300 mbar hasta que terminó la destilación con la disminución de la presión, con el fin de obtener la mezcla de esteres aislada de otros componentes hidrosolubles como: agua, ácidos grasos libres e isopropanol.

6.11 ANÁLISIS ESTADÍSTICO

Los datos experimentales se analizaron empleando medidas repetidas de ANOVA y técnicas de regresión de superficie de respuesta a un nivel de significancia del 5% utilizando Minitab Statistical Software tanto para el diseño Box-Behnken de extracción como de esterificación.

6.12 CARACTERIZACIÓN DE LOS PRODUCTOS DE REACCIÓN

6.12.1 Espectroscopía de infrarrojo (IR)

Las propiedades de los productos de reacción se caracterizaron por IR utilizando un espectrofotómetro de infrarrojo por transformada de Fourier FT-IR NICOLET iS10. Los análisis se realizaron utilizando la técnica de pastilla KBr. Los gránulos de KBr (200 ± 10 mg) se trituraron en un mortero y una vez realizada la pastilla se adicionó una gota de muestra a la misma para su respectivo análisis.

6.12.2 Calorimetría diferencial de barrido (DSC)

Para esta caracterización se aplicó la misma metodología expuesta en la sección 6.7. Sin embargo, la temperatura varió desde -25 °C hasta 200 °C.

6.13 CUANTIFICACIÓN DE ÉSTERES DE ISOPROPILO

6.13.1 Cromatografía líquida de ultra-alto desempeño (uHPLC)

Se empleó el equipo uHPLC Thermo Scientific Dionex UltiMate 3000 Series, para la cuantificación de palmitato de isopropilo en las mezclas de reacción, a partir de la realización de la curva de calibración con un patrón de palmitato de isopropilo (98,5%, $d=0,853 \text{ g/cm}^3$). El uHPLC estaba equipado con bomba binaria, automuestreador, un filtro desgasificador y un detector de arreglo de diodos (DAD). Se utilizó una columna C18 Hypersil GOLD de Thermo Scientific (fase estacionaria pentafluorofenilpropilo PFP), la cual presentaba las siguientes dimensiones: 100 x 2,1 mm, con tamaño de partícula 1,9 μm y tamaño de poro de 175 Å, la temperatura de esta se programó a 20 °C. La fase móvil consistió en una mezcla de ACN, MeOH y Hex en la proporción 90:8:2, isocrática, a un caudal de 0,5 mL/min³⁰. El detector se programó a una longitud de onda de 205 nm, sin embargo, se activó el barrido de longitudes de onda de espectro máximo, para las mediciones entre 200 y 220 nm.

Se tomaron 250 μL de cada muestra y se llevaron a un volumen de 10 mL, las cuales fueron filtradas previo al análisis por cromatografía, empleando filtros de 0,22 μm . El volumen de inyección fue de 20 μL . Para la cuantificación se prepararon 9 soluciones de concentraciones: 0,05; 0,10; 0,15; 0,20; 0,25; 0,51; 0,76; 1,01 y 1,25 % p/p de palmitato de isopropilo (BASF, Alemania), con una pureza de 98,5%, la curva respectiva se exhibe en la sección de resultados.

6.13.2 Cromatografía de gases (GC)

Este análisis cuantitativo se realizó en un cromatógrafo de gases Trace 1300 de Thermo Scientific acoplado a un detector de masas ISQ LT, operando en modo de impacto electrónico a 70 eV. La separación se llevó a cabo en una columna TG-5MS (5% de difenilo / 95% de dimetil polisiloxano), la cual

presenta polaridad baja, una longitud de 30 m, un diámetro de 0,5 mm y un tamaño de partícula de 0,25 μm .

Las condiciones de los análisis cromatográficos fueron: El volumen de inyección fue de 1 μL de muestra sin Split. La temperatura del inyector se fijó a 250 °C. Se usó la siguiente programación de temperatura en el horno: comienza en 100 °C donde permanece por 1 min, luego incrementa la temperatura hasta 250 °C con una rampa de 8 °C/min y permanece en dicha temperatura durante 1 min, para un tiempo total de análisis de 20 min. Se usó helio como gas de arrastre, con un flujo de 1.0 mL/min. Finalmente, la temperatura de la línea de transferencia y el surco de iones se establece en 230 °C, todos los iones se detectaron en un rango de masas de 35-500 m/z.

Dicho análisis se empleó para comparar la concentración de palmitato de isopropilo cuantificada por uHPLC, así como también para verificar la presencia de otros ésteres de ácidos grasos (de los cuales no se tenía estándares), para lo cual fue necesario emplear la biblioteca espectral asociada a las masas.

Para la cuantificación tomaron 400 μL de muestra y se llevaron a un volumen de 10 mL, luego se emplearon 5 soluciones de palmitato de isopropilo, las cuales presentaron las siguientes concentraciones: 0,006; 0,013; 0,019; 0,032, 0,063; 0,505; 0,756; 1,005 % p/p. De acuerdo con la relación de áreas, fue posible dar una aproximación de la relación de los ésteres que se mencionan a continuación: oleato de isopropilo, linoleato de isopropilo y palmitoleato de isopropilo.

7. RESULTADOS Y ANÁLISIS

7.1 ANÁLISIS QUÍMICO PROXIMAL DE LA PULPA DE CHONTADURO

Se realizó el análisis químico proximal de la harina de pulpa de chontaduro a emplear en la extracción, en donde es oportuno recalcar que ya había pasado por un proceso de secado, tal como se mencionó en la sección de acondicionamiento de muestras.

En la Tabla 6, se presenta el análisis bromatológico respectivo, en donde se encuentran los porcentajes de cada determinación; los cuales se efectuaron por duplicado.

Tabla 6. Análisis químico bromatológico de las harinas de pulpa de chontaduro (*B.gasipaes*).

Determinación (%)	Harina de pulpa de chontaduro
Materia seca DS ¹	91,956±0,001
Humedad DS	8,044±0,001
Materia seca SS ²	41,591±0,545
Humedad SS	58,410±0,545
Cenizas	1,333±0,277
Extracto etéreo	13,653±0,021
Proteína	5,095±0,346
Fibra	0,882±0,024
Carbohidratos ³	70,992±0,670

1. DS significa después del secado previo a 60°C durante 15h

2. SS significa sin secado previo, por lo que podría considerarse como el valor total.

3. Para el cálculo de carbohidratos no se consideraron los porcentajes SS, únicamente los DS

Nota: Esta tabla es fuente de la presente investigación (2022).

La harina de chontaduro empleada para el todo el procedimiento de extracción presentó un porcentaje de materia seca final (DS) de 91,956±0,001% debido al tratamiento térmico aplicado, que permitió la evaporación del agua libre del mesocarpio. Este resultado fue cercano a los reportados por Garbanzo et al. (2011)³¹; quienes informaron un valor de materia seca de 90,00% en harina de mesocarpio de chontaduro con tratamiento térmico previo. A su vez, Oliveira, et al. (2016)³² reportaron un valor 92,91% para este tipo de muestra. En ese sentido, en nuestra muestra, el secado disminuyó el contenido de humedad significativamente desde 58,410±0,545 % hasta un valor 8,044±0,001%.

Dicho lo anterior, la disminución del contenido de agua libre permitió prolongar la vida útil de la harina de chontaduro durante los procedimientos de extracción, ya que se disminuyó la probabilidad del crecimiento de bacterias, hongos y mohos; así como también, se reduce el deterioro originado por reacciones

enzimáticas que involucran proteínas, pigmentos, ácidos grasos y lípidos, produciendo otros compuestos con propiedades bioquímicas indeseables³³.

En relación con el porcentaje de cenizas (minerales inorgánicos) se encontró un valor de $1,333\pm 0,277\%$, el cual es cercano al encontrado por Garbanzo et al. (2011)³¹, con un valor de 1,78%; así como aquel reportado por Martínez et.al (2017)⁸ de 1,95%; sin embargo, estos resultados son superiores a los reportados por Yuyama et al. (2003)³⁴, quien exhibió un valor de 0,60% en mesocarpio también, lo que permite evidenciar la diferencia del contenido minerales en el mesocarpio del chontaduro.

El porcentaje de proteína obtenido en la harina de chontaduro fue de $5,095\pm 0,346\%$, valor similar a los reportados por Garbanzo et al.(2011)³¹, el cual fue de 5%.

En cuanto al extracto etéreo o porcentaje de grasa bruta, se puede evidenciar un valor promedio de $13,653\pm 0,021\%$, el cual coincide nuevamente con los reportes de Garbanzo et al. (2011)³¹ y Martínez et.al (2017)⁸ con valores de 13 y 13,47% respectivamente. Así mismo, los valores reportados en la presente investigación concuerdan con lo expuesto por Márquez (2014)³⁵, quien evaluó los porcentajes de extracto etéreo de la pulpa de chontaduro en tres ecotipos que fueron: amarillo, naranja y rojo, encontrando que dicho porcentaje osciló entre un 10,5 a 16,7% en base seca.

El resultado de fibra bruta $0,882\pm 0,024\%$, fue muy inferior al compararse con los reportes de Garbanzo et al. (2011)³¹ y Martínez et.al (2017)⁸ con valores de 10-11%. Tal diferencia puede atribuirse a la especie de fruto empleado, a las condiciones ambientales en donde fue cultivado e incluso a la madurez de los mismos.

Por último, el contenido de carbohidratos fue de $70,992\pm 0,670\%$, valor que se acerca a los valores reportados por los artículos mencionados anteriormente, con valores que oscilan entre 62 a 67%.

7.2 EXTRACCIÓN DE ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO ASISTIDA CON SONDA ULTRASONIDO (USAE)

El diseño experimental DBB/RSM realizado en el programa Minitab Statistical Software se presenta a continuación en la Tabla 4. El rendimiento de aceite obtenido de todos los experimentos se muestra en la columna de la derecha como % de Rendimiento, siendo esta la variable de respuesta.

Tabla 7. Diseño experimental Box-Behnken para la extracción de aceite de pulpa de *Bactris gasipaes* asistido con sonda ultrasonido (USAE).

Orden Estadístico	Orden de Corrida	TipoPt*	Relación Solvente: Muestra	Amplitud (%)	Tiempo (s)	Rendimiento (%)
25	1	2	8	30	20	14,37
14	2	0	8	25	25	13,87
29	3	0	8	25	25	13,84
16	4	2	6	20	25	13,77
18	5	2	6	30	25	13,85
3	6	2	6	30	25	13,81
27	7	2	8	30	30	14,42
28	8	0	8	25	25	14,03
26	9	2	8	20	30	13,84
2	10	2	10	20	25	14,21
9	11	2	8	20	20	13,61
17	12	2	10	20	25	14,01
24	13	2	8	20	20	13,76
10	14	2	8	30	20	13,83
6	15	2	10	25	20	14,17
11	16	2	8	20	30	13,62
21	17	2	10	25	20	14,21
7	18	2	6	25	30	13,46
13	19	0	8	25	25	13,97
20	20	2	6	25	20	13,26
15	21	0	8	25	25	13,42
12	22	2	8	30	30	13,65
23	23	2	10	25	30	14,13
30	24	0	8	25	25	13,79
19	25	2	10	30	25	14,37
5	26	2	6	25	20	13,18
1	27	2	6	20	25	13,26
22	28	2	6	25	30	13,29
4	29	2	10	30	25	15,02
8	30	2	10	25	30	15,01

TipoPt*: hace alusión al tipo de punto en el diseño de experimentos, donde 0 es un punto central, 1 es un punto vértice y 2 hace referencia a combinaciones de dos niveles.

Nota: Esta tabla es fuente de la presente investigación (2022).

En el Anexo 11.4, se presentan los coeficientes codificados obtenidos del análisis estadístico de regresión completo del diseño de experimentos, en donde se encuentra a su vez el análisis de varianza respectivo para la extracción. Sin embargo, se pudo verificar a partir de dicho análisis que los términos significativos ($p \leq 0,05$) del diseño de experimentos de extracción fueron: relación solvente: muestra ($p=0,000$) y amplitud de ultrasonido ($p=0,013$), tal como se puede evidenciar en la Figura 11, los factores denotados como A y B, respectivamente.

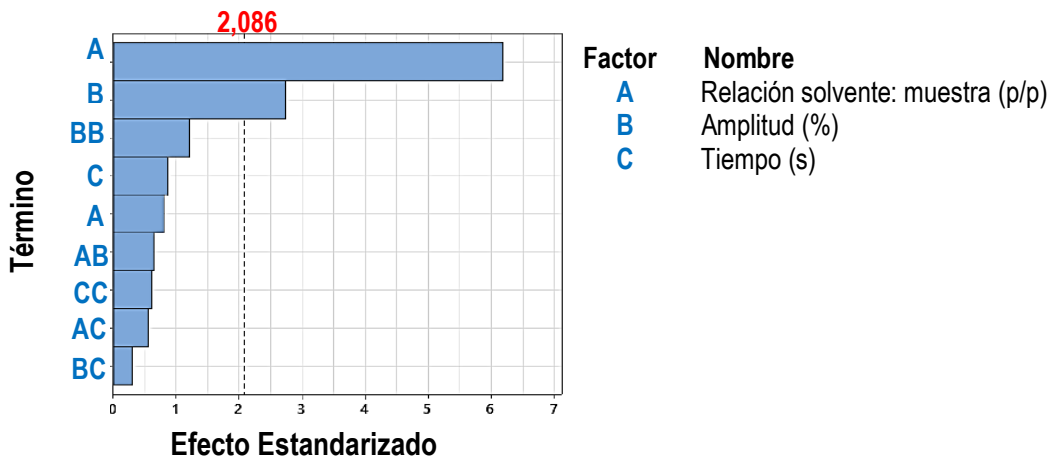


Figura 11. Diagrama de Pareto de efectos estandarizados para el diseño de extracción.

Por otra parte, se puede evidenciar en el análisis de varianza completo obtenido (Anexo 11.4.2), que el diseño de extracción se ajusta a un diseño Lineal ($p=0,000$), pues el diseño cuadrático no mostró ser significativo ($p = 0,486$). Lo anterior se puede observar en los gráficos de superficie de respuesta y de contornos, que se exponen a continuación:

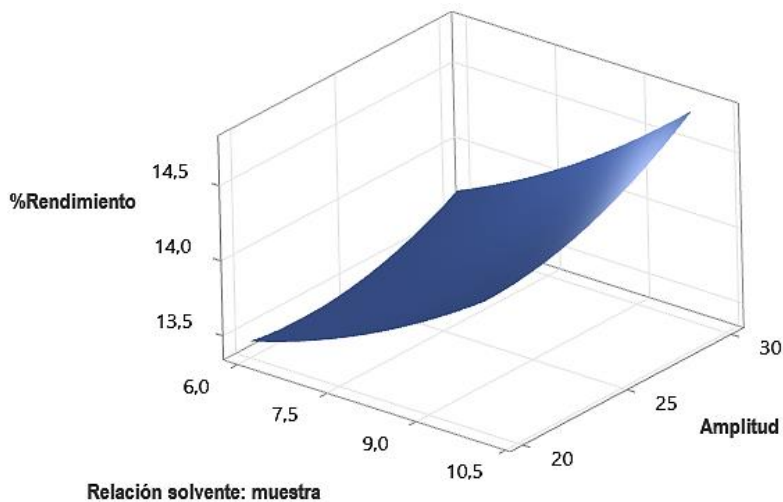


Figura 12. Gráfico de superficie de respuesta % de rendimiento vs la relación solvente: muestra y % amplitud.

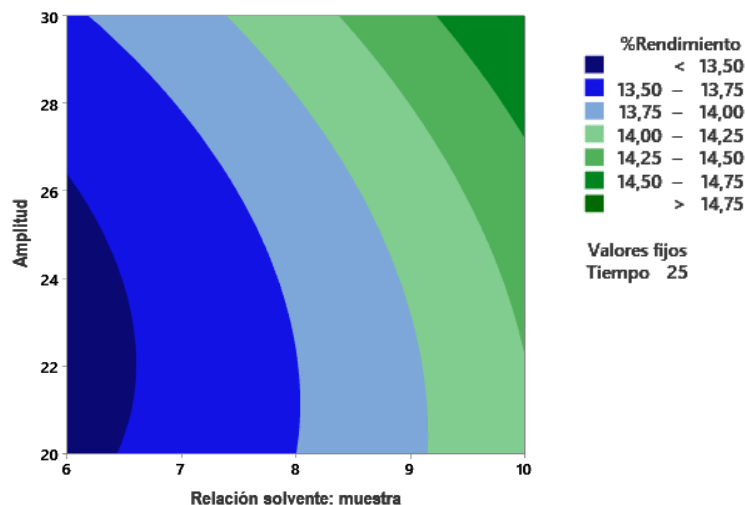


Figura 13. Gráfico de contorno de % de rendimiento vs % de amplitud y relación de solvente: muestra.

La razón por la cual en las Figuras 12 y 13 sólo se muestran las relaciones factores de relación solvente: muestra y % de amplitud, es porque como se mencionó anteriormente se trata de los factores que son significativos en el DBB, por lo que el tiempo no representa cambio significativo en el % de rendimiento. Ahora bien, en las Figuras 12 y 13, se puede ver que el porcentaje de rendimiento se incrementa proporcionalmente con el aumento de la cantidad del solvente y el aumento de amplitud. Así, para una relación solvente: muestra que sea superior a 9,23:1 (p/p) y una amplitud que vaya desde 25 % hasta 30% se pueden apreciar rendimientos iguales o superiores a 14,50%.

Lo expuesto en el párrafo anterior se puede verificar con las corridas 29 y 30, donde se obtuvieron los máximos porcentajes de rendimiento, con valores de 15,02 y 15,01 respectivamente. En los dos casos, la cantidad de solvente fue máxima, es decir en relación muestra: solvente de 1:10 (p/p) y la amplitud de ultrasonido fue superior a 25%.

La razón por la que se puede dar este fenómeno es que a medida que incrementa la amplitud, se aumenta la energía que transmite la sonda ultrasonido, la cual se transforma en energía cinética capaz de formar más microcanales que permiten extraer el contenido lipídico de las harinas de chontaduro. De la misma manera que esto ocurre, hay un mayor efecto de cavitación y agitación que promueve el contacto del solvente con el sólido, facilitando el proceso de extracción¹³.

Con relación a la cantidad de solvente, se apreció que, con el aumento de la misma, existe un mayor medio de transferencia de las ondas ultrasonido, ya que estas requieren de un medio físico para

propagarse, con lo cual el solvente permite mayor propagación y de la misma manera un incremento energético¹³.

Es necesario decir que las variables de entrada expuestas en este diseño de experimentos, fueron adaptadas a las mejores condiciones de extracción de aceite de chontaduro. En ese sentido se plantearon amplitudes sólo hasta 30% dado que por encima de dicho valor se apreció la extracción de ceras (se describe a detalle en la Sección 7.5), las cuales afectan la composición deseada del aceite y consecuentemente no son objeto de interés para la aplicación en la industria cosmética. Así mismo, no se plantearon cantidades mayores de solvente debido a la capacidad insuficiente del balón adaptado a la sonda ultrasonido.

Por último, es válido comparar los porcentajes de aceite obtenidos con la técnica convencional Soxhlet ($13,653 \pm 0,021\%$) y aquella nueva propuesta en este documento, que implica la asistencia de la sonda ultrasonido. Dicho esto, es posible comprobar que 23 corridas mostraron rendimientos superiores a los obtenidos con Soxhlet, de acuerdo con lo expuesto en la Tabla 7, siendo particularmente mayores cuando la relación muestra solvente es superior a 1:6 (p/p) y la amplitud es de 30%.

Además, se puede mencionar que con la extracción asistida por sonda ultrasonido, se logran obtener rendimientos superiores en tiempos más cortos, en este caso de 30 minutos; mientras que por la técnica convencional se requieren tiempos superiores o iguales a 3 h. Es de suponer entonces que hay una disminución del consumo de energía y agua (en el proceso de reflujó), contribuyendo al principio 6 de la química verde³⁶.

7.3 PROPIEDADES FISICOQUÍMICAS PARA EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO

En la Tabla 8 se exhiben las propiedades fisicoquímicas determinadas en el aceite de chontaduro extraído con asistencia de sonda ultrasonido. Para la comprobación de los resultados se evaluaron con algunos reportes encontrados, ya que no se encuentra una Norma Técnica Colombiana (NTC) específica para este tipo de aceite.

Tabla 8. Propiedades fisicoquímicas para el aceite de pulpa de chontaduro extraído.

Determinación de índices	Resultado en aceite de pulpa de chontaduro
Acidez (mg KOH/ g)	$2,061 \pm 0,077$
Saponificación (mg KOH/ g)	$215,597 \pm 0,482$
Ésteres (mg KOH/g)	$213,537 \pm 0,559$

Yodo (g I ₂ / 100 g)	18,203 ± 0,153
Refracción (20°C)	1,4674 ± 0,0008

Nota: Esta tabla es fuente de la presente investigación (2022).

El índice de acidez evalúa el contenido de ácidos grasos libres y puede ser un indicador de enranciamiento o frescura del aceite, ya que dichos ácidos son el resultado de hidrólisis que se presenta en el aceite³⁷. El aceite obtenido en este estudio presenta un índice de acidez de $2,061 \pm 0,077$ mg de KOH/ g de aceite, dicho valor promedio hace alusión a que se requieren 2,061 mg de hidróxido de KOH para neutralizar 1 g de aceite de *B.gasipaes*.

Según Córdoba (2016)³⁸, en su trabajo encontró que el índice de acidez varía dependiendo del método de extracción empleado. Así, para cuando se extrae con agua caliente el aceite, los valores de índice de acidez son de 8,91 mg KOH/ g aceite; mientras que aquel extraído con Soxhlet exhibió un índice de 3,00 mg KOH/ g aceite para una muestra molida. La razón de esta gran diferencia recae en que el agua provoca la hidrólisis de los triglicéridos en el aceite.

Evidentemente, el valor obtenido en el presente trabajo es menor al que se obtuvo en el reporte mencionado anteriormente por técnica de extracción Soxhlet, sin embargo, no es posible realizar una comparación directa porque la muestra no es la misma.

Según el Codex Alimentarius, el máximo valor de índice de acidez para aceites refinados es de 0,6 mg KOH/ g de aceite y para aceites prensados en frío y vírgenes es de 4,0 mg KOH/g de aceite³⁹. Así, se puede apreciar que el valor de índice de acidez obtenido para el aceite de chontaduro extraído con asistencia ultrasonido de la presente investigación, cumple con los valores expuestos para un aceite crudo virgen.

Es necesario aclarar que, todas estas mediciones fueron realizadas después de un mes aproximadamente de haber sido almacenado el aceite (botella plástica), por lo que esto pudo influir en el aumento de dicho índice. Por otro lado, es válido mencionar que el aceite fue rotaevaporado y sometido a calor para eliminar trazas de hexano, consecuentemente este proceso también pudo afectar el valor obtenido.

A pesar de ello el valor no fue significativamente grande, lo cual se podría atribuir a la presencia de carotenos que funcionan como compuestos antioxidantes, actuando como agentes fotoprotectores que inhiben el enranciamiento acelerado del aceite⁴⁰.

Ahora bien, el índice de saponificación obtenido indica que se requieren $215,597 \pm 0,482$ mg de KOH para saponificar 1 g de aceite de *B. gasipaes*. Este valor corresponde a todos los ácidos grasos presentes en la muestra (libres y especificados) y es dependiente del peso molecular y la concentración de los

mismos. Dicho lo anterior, se está evidenciando un alto contenido de ácidos grasos en la muestra de aceite (alta esterificación)⁴¹.

El índice de saponificación, es bastante cercano al obtenido por Micanquer, et al. (2012)⁴¹, con un valor de $210,216 \pm 0,837$ mg de KOH/ g de aceite de semilla de *B. gasipaes*. Además, se menciona que este último referente está por debajo de los valores para el aceite de coco y por encima de los de semilla de chíá. Esto permite inferir que este aceite presenta mayor número de ácidos grasos de cadena corta con respecto a otros aceites vegetales (girasol, soja y oliva).

Lo anterior se puede comparar también con el índice de saponificación que debe exhibir el aceite de palma, el cual se debe encontrar entre 190 y 209 mg KOH/ g de aceite. El valor reportado para esta muestra se encuentra muy cercano.

En el reporte de Córdoba (2016)³⁸, se puede apreciar que este valor para la extracción por Soxhlet fue de 205 mg KOH/ g de aceite; encontrándose cercanía con el valor encontrado en este trabajo para el índice de saponificación.

El índice de ésteres, se puede ver en la Tabla 8, indica que se requieren $213,537 \pm 0,559$ mg de KOH para saponificar los glicéridos presentes en 1 gramo de aceite. No obstante, este valor no es posible compararlo con otros reportes porque surge de diferencias entre el índice de saponificación y de acidez. El índice de yodo refleja que se absorben $18,203 \pm 0,153$ g de I₂ por cada 100 g de muestra. Según la AOCS el resultado es similar al reportado para almendra de palma con un valor de 18,3 g de I₂ por cada 100 g de aceite, empleando ciclohexano (CHX) en la determinación del mismo⁴².

Este valor de índice de yodo se encuentra por debajo de los valores reportados para aceite de girasol, palma y oliva; indicando que es un aceite no secante (es decir que no se endurece hasta convertirse en una película dura y sólida después de un tiempo)⁴².

Por último, el índice de refracción encontrado fue de $1,4674 \pm 0,0008$, el cual fue corregido a una temperatura de 20 °C. Este valor es considerable y está por encima del reportado para el aceite de semilla de chontaduro, según Quilligana (2015)⁴³, que fue de 1,4589 corregido a 20 °C.

Según el Codex Alimentarius (1999), el índice de refracción obtenido de aceite de chontaduro es similar al de aceite de soya que se encuentra en un rango aproximado 1,466-1,470 a 20 °C ⁴⁴. Así como también presenta similitudes con el aceite de almendra 1,468- 1,475 y el de avellana 1,460-1,473 ⁴⁴.

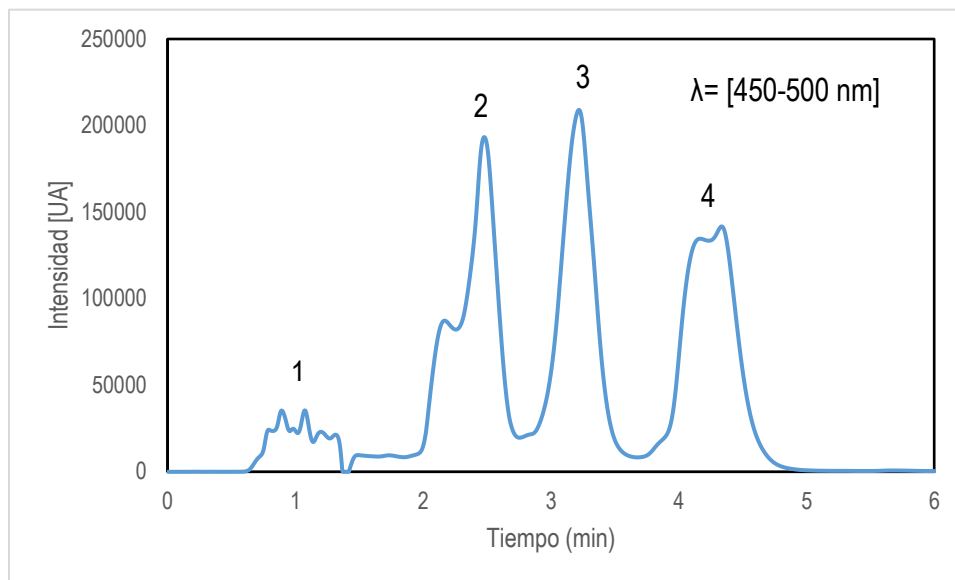


Figura 14. Identificación cualitativa de carotenoides en aceite de chontaduro por HPLC.

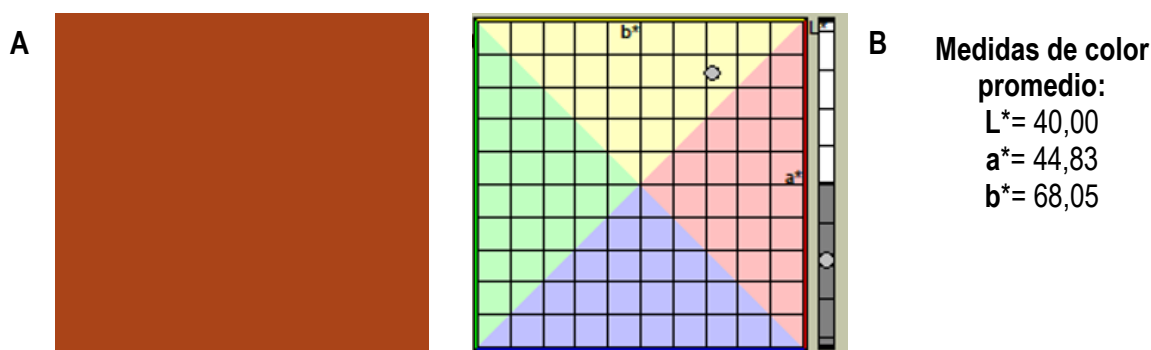


Imagen 4. Color del aceite de pulpa de chontaduro medido en colorímetro.

El atractivo del color del aceite de chontaduro, suele relacionarse directamente con el contenido de carotenoides⁴⁵. La presencia de sistemas de dobles enlaces en los carotenoides permite formar cromóforos, los cuales son responsables del color de los pigmentos presentes en el aceite. El número de dobles enlaces conjugados y la presencia de diferentes grupos funcionales, determinan finalmente las características espectroscópicas propias de cada pigmento⁴⁵.

En la Figura 14, aparecen señales que indican la absorción de cromóforos en las longitudes de onda entre 450 y 500 nm, rango estimado de longitudes de onda de absorción de los compuestos carotenoides. La región de señales indicada con el número 1, puede relacionarse con la presencia de xantofilas y las regiones que incluyen los números 2, 3 y 4 se asocian con el contenido de isómeros de caroteno (β -caroteno, α -caroteno y γ -caroteno) y licopeno (E-licopeno y Z-licopeno) presentes en la muestra de aceite de chontaduro, de acuerdo con lo que reporta Jatunov, et al. (2010)⁴⁶, en condiciones similares a las

realizadas para la identificación de dichos compuestos en este trabajo, como se describe a detalle en la Sección 6.6.

En la Imagen 4, se puede observar el resultado de la medición de color del aceite de chontaduro (*B. gasipaes*) extraído en este estudio, para precisar esta propiedad. Al observar las medidas de color que indica el software HunterLab ($L^* = 40,00$; $a^* = 44,83$; $b^* = 68,05$), se puede identificar que el parámetro de luminosidad (L^*) tiende hacia la escala de grises, debido a que se encuentra muy próximo al valor 50.

Por otro lado, según Garbanzo et al. (2012)³¹, los parámetros de color a^* y b^* se pueden relacionar con el tipo de carotenoide que predomina en el aceite del fruto. Dado que el parámetro de color b^* es mayor con respecto al parámetro a^* , se podría interpretar que el β -caroteno (pigmento que tiende hacia el color amarillo) se encuentra en mayor proporción que el licopeno (pigmento que tiende hacia el color rojo).

7.4 DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS PRESENTES EN EL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO

Tabla 9. Porcentaje y tipo de triglicéridos (A) y ácidos grasos (B) presentes en la muestra de aceite de chontaduro.

A	Trigliceridos	Area%
	PPP	0,466
	MOP	0,96
	MLP	0,335
	PPS	9,712
	POP	9,35
	PLP	2,486
	POO	25,902
	PLS	0,987
	PLO	16,169
	PLL+POLn	4,47
	SSS	0,596
	SOO	0,704
	OOO	16,855
	SLO	0,764
	OLO	7,779
	OLL	2,281
	LLL	0,183

B	Ésteres metílicos de ácidos grasos (FAMES)	Area%
	Mirístico (C14:0)	0,044
	C15:0	0,108
	Palmitico (C16:0)	20,401
	C16:1 trans	0,110
	Palmitoleico (C16:1)	4,471
	Margárico (C17:0)	0,063
	Esteárico (C18:0)	1,069
	Vaccénico (C18:1 trans)	0,019
	Oleico (C18:1 cis)	54,314
	C18:1 cis iso	1,960
	C18:2 cis-trans	0,010
	Linoleico (C18:2 n6 cis)	15,480
	Eicosanoico (C20:0)	0,076
	C18:3 cis-trans-cis	0,022
	C18:3 cis-cis-trans	0,003
	Gadoleico (C20:1)	0,066
	α -Linolénico (C18:3 n3 cis)	1,732
	Behénico C22:0	0,014
	Lignocérico C24:0	0,039

Nota: Cada letra hace referencia a un ácido graso correspondiente: M-mirístico, P-palmitico, S-esteárico, O-oleico, L-linoleico y Ln-linolénico. Esta Tabla es fuente de la presente investigación (2022).

En la Tabla 9 (A, B), se presentan los resultados correspondientes al porcentaje de triglicéridos y ácidos grasos totales en la muestra de aceite de chontaduro extraído con asistencia de sonda ultrasonido, los cromatogramas específicos de estos análisis se evidenciarán en la sección de Anexos 11.5.

De acuerdo con lo expuesto en la Tabla 9A, se puede ver que el triglicérido con mayor porcentaje de área es POO, el cual está compuesto por dos ácidos grasos de tipo oleico y uno palmitico, para un 25,902% en área. Seguido de ello está el OOO y PLO, los demás se encuentran en porcentajes menores al 10%. Lo anterior concuerda con la Tabla 9B, en donde se observa que el ácido oleico es aquel que representa el mayor porcentaje en la muestra de aceite, con un valor de 54,314% y seguido de este se encuentra el ácido palmitico con un valor de 20,401%.

Es necesario mencionar que, para poder realizar un análisis de ácidos grasos, se debe realizar una hidrólisis de los triacilglicerolés con la consecuente metilación para determinarlos por cromatografía de gases, como se describe en la Sección 6.7; por tanto, existe la probabilidad de que no todos los triglicéridos sean hidrolizados, con lo cual se afecta el contenido de ácidos grasos.

El perfil de ácidos grasos que se mostró en la Tabla 9B, es muy similar al perfil de ácidos grasos de aceite extraído de la pulpa (mesocarpio) de chontaduro, reportado por Yuyama, et al. (2003)³⁴, tomados a partir de una región de la Amazonia Central de Brasil; con un contenido de ácido palmitico de 24,1 \pm 0,2 %,

ácido oleico $51,7 \pm 0,9$ %, ácido palmitoleico $5,2 \pm 0,2$ %, ácido linoleico $4,9 \pm 0,2$ % y los demás en concentraciones inferiores. Hasta aquí concuerda con la literatura que se expuso en la sección 5.1.5 del presente trabajo.

7.5 CARACTERIZACIÓN DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO POR CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC)

En la Figura 15A se muestra el comportamiento térmico del aceite de *B. gasipaes* obtenido de la extracción asistida con sonda ultrasonido a una amplitud de 30% (amplitud máxima en el diseño de experimentos), así como también en la Figura 15B se puede apreciar un overlay (imágenes sobrepuestas) de la comparación del aceite anterior con otro aceite de la misma muestra pero extraído con una amplitud de 50%.

Es importante mencionar que, las temperaturas de fusión y cristalización de los aceites estarán dadas principalmente por las temperaturas de fusión y cristalización de los triglicéridos que los componen. Cuando los triglicéridos contienen principalmente ácidos grasos insaturados en su estructura, tales como OOO, LLL, OLO y OLL, presentarán una temperatura de fusión y cristalización menor que aquellos que contengan en su estructura ácidos grasos saturados, como por ejemplo PPP, PPS y SSS⁴⁷.

Así pues, en la Figura 15A se pueden ver dos señales endotérmicas agudas, asociadas con procesos físicos de fusión. Una de ellas inicia la fusión (onset) a $-14,16$ °C, para dar un pico de temperatura máxima en $-8,48$ °C y un valor de entalpia normalizada de $38,406$ J/g; mientras que la segunda señal inicia la fusión (onset) a $-0,04$ °C y alcanza un máximo de temperatura en $7,27$ °C, con un valor de entalpia normalizada de $17,409$ J/g.

Se puede estipular que aquellas señales endotérmicas a temperaturas inferiores a 0 °C se atribuyen a la presencia de ácidos grasos insaturados en los triglicéridos y en ese mismo sentido, aquellas señales endotérmicas que aparezcan a temperaturas superiores a dicho valor, se atribuyen a la presencia de ácidos grasos saturados en los triglicéridos⁴⁸.

Dicho lo anterior, se podría decir que en la muestra de aceite extraído con 30% de amplitud, se encuentran ácidos grasos saturados e insaturados, ya que se exhibe una señal antes y después de 0 °C respectivamente.

Además, se logra apreciar una señal muy minúscula de cristalización, en aproximadamente -37 °C. Lo anterior indica que a partir de -37 °C los triglicéridos que presentan mayor punto de fusión empiezan a

formar estructuras sólidas organizadas y empaquetadas a causa de la unión por fuerzas intermoleculares. Una de las propiedades más relevantes de los triacilgliceroles es que al cristalizarse pueden hacerlo a diferentes temperaturas, lo cual se conoce como polimorfismo y depende de la homogeneidad y disposición de los ácidos grasos que constituyen los triglicéridos, se da particularmente cuando hay triglicéridos tipo POP (palmítico-oleico-palmítico)⁴⁹.

Por otro lado, en la Figura 15 B se puede apreciar que cuando se extrae el aceite a una amplitud de 50%, las señales se distorsionan y se ensanchan, posiblemente por el solapamiento de más señales en el mismo rango de temperatura. Particularmente en la Figura 15B ya aparecen dos señales endotérmicas a temperaturas superiores a 0 °C, con valores onset de 11,82 y 41,78 °C, alcanzando temperaturas máximas en 33,38 y 46,74°C respectivamente. Así mismo, los valores de entalpía fueron de 21,380 J/g para la primera y 1,7000 J/g para la segunda. La última señal a 41,70 °C podría atribuirse a una cera, por este punto de fusión.

Hasta aquí se pudo evidenciar que cuando se extrae el aceite a amplitudes superiores o iguales a 40%, se empiezan a apreciar más señales desplazadas hacia la derecha, indicando con esto que se extraen ácidos grasos de mayor peso molecular asociados a ceras. Este aspecto se pudo verificar organolépticamente, pues en este caso no se veía como un aceite si no más como una grasa, encontrándose en un estado semisólido.

En ese sentido, es de suponer que cuanto mayor energía se aplique en el proceso de extracción lipídica de *B. gasipaes*, se extraerán compuestos de mayor peso molecular, en una relación directa. Esta es otra justificación del porque a medida que se incrementaba la amplitud en el diseño experimental, también incrementaba el rendimiento, observándose un modelo lineal en la Figura 12.

Los valores de entalpía son muy importantes porque indican la energía absorbida para que ocurra el proceso, ya sea de fusión o cristalización. Estos valores resultan de la integración de las señales y se ha encontrado en el reporte de Sathivel, et al (2008)⁴⁸, que la entalpía de los ácidos grasos saturados aumenta con el aumento de la longitud de cadena y la entalpía de los ácidos grasos insaturados disminuye con el aumento del número de dobles enlaces. En este caso, se puede ver que la entalpía de la fracción que se considera con ácidos grasos insaturados se mantuvo cercana; mientras que la fracción de saturados incrementó de 17,409 J/g a 21,380 J/g sin incluir el valor de la nueva señal.

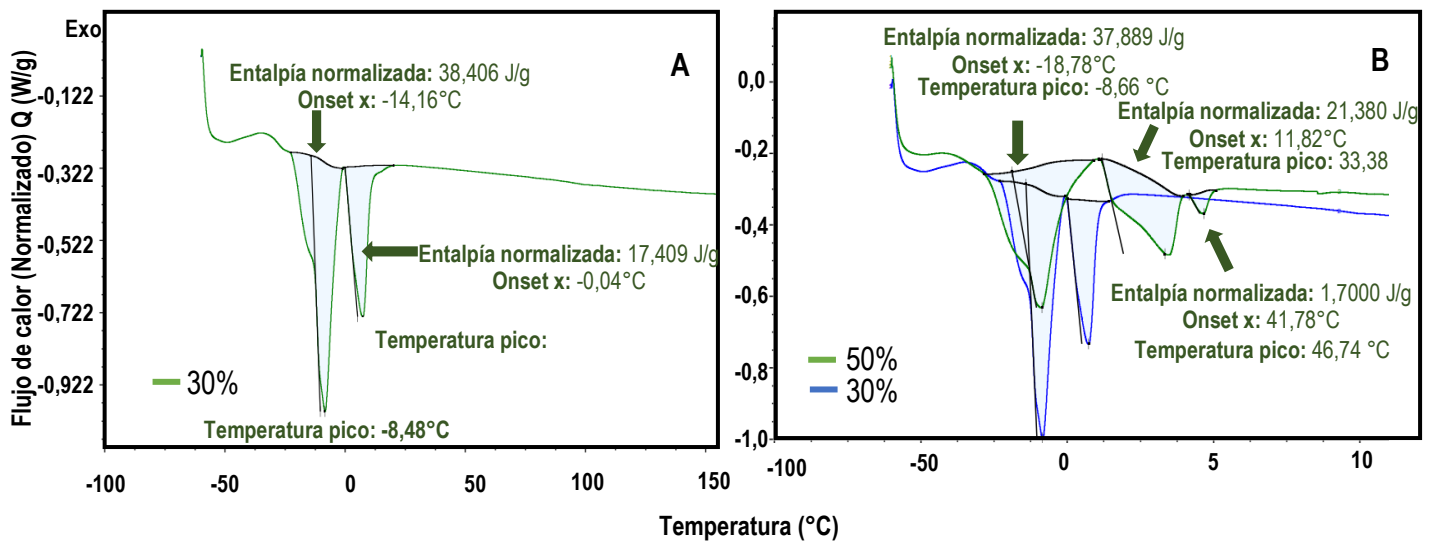


Figura 15. Comportamiento térmico para el aceite de pulpa de chontaduro extraído con asistencia de sonda ultrasonido (USAE). **A.** Extracción con 30% de amplitud **B.** Comparación de extracción con 30 y 50% de amplitud.

7.6 ESTABILIDAD OXIDATIVA DEL ACEITE DE PULPA DE CHONTADURO APLICANDO CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO (DSC).

En general, el proceso de oxidación es la principal reacción responsable de la degradación de lípidos y se relaciona comúnmente con la presencia de ácidos grasos insaturados, por el contenido de dobles enlaces en su estructura. El oxígeno, reacciona con los dobles enlaces, siguiendo un mecanismo de radicales libres, conocido como autooxidación (Anexos 11.6). Esta reacción es bastante compleja y depende del tipo de lípido utilizado y de las condiciones de procesamiento, sin embargo, el uso de procesos térmicos, tales como: fritura, hidrólisis, entre otros; aceleran la oxidación de los mismos.

Ocurren diferentes reacciones simultáneamente y a diferentes velocidades durante la oxidación, las cuales liberan calor (efectos exotérmicos) que se pueden medir mediante la calorimetría diferencial de barrido (DSC). Las temperaturas de oxidación y los parámetros de calor obtenidos del DSC, con respecto al tiempo, se pueden utilizar para ordenar y clasificar los lípidos en términos de su estabilidad oxidativa. Por tanto, la reproducibilidad de los experimentos de oxidación es crucial para evaluar la estabilidad oxidativa de los lípidos mediante DSC, ya que variables como el protocolo de calentamiento e isoterma, influyen en los resultados⁵⁰.

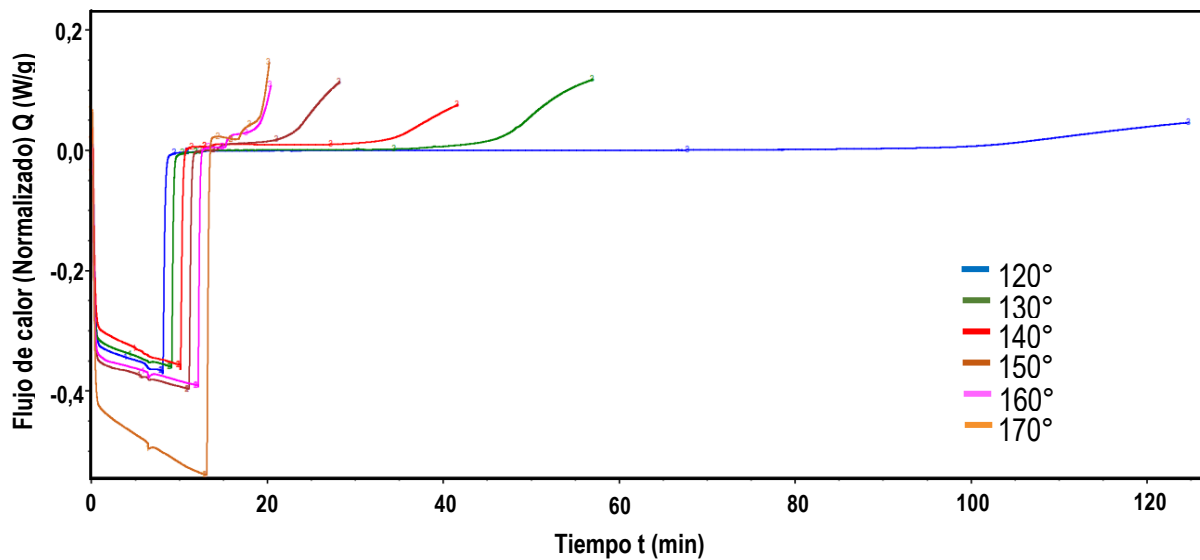


Figura 16. Termogramas de la oxidación isotérmica del aceite de pulpa de chontaduro (*B. gasipaes*) extraído con sonda ultrasonido (USAE).

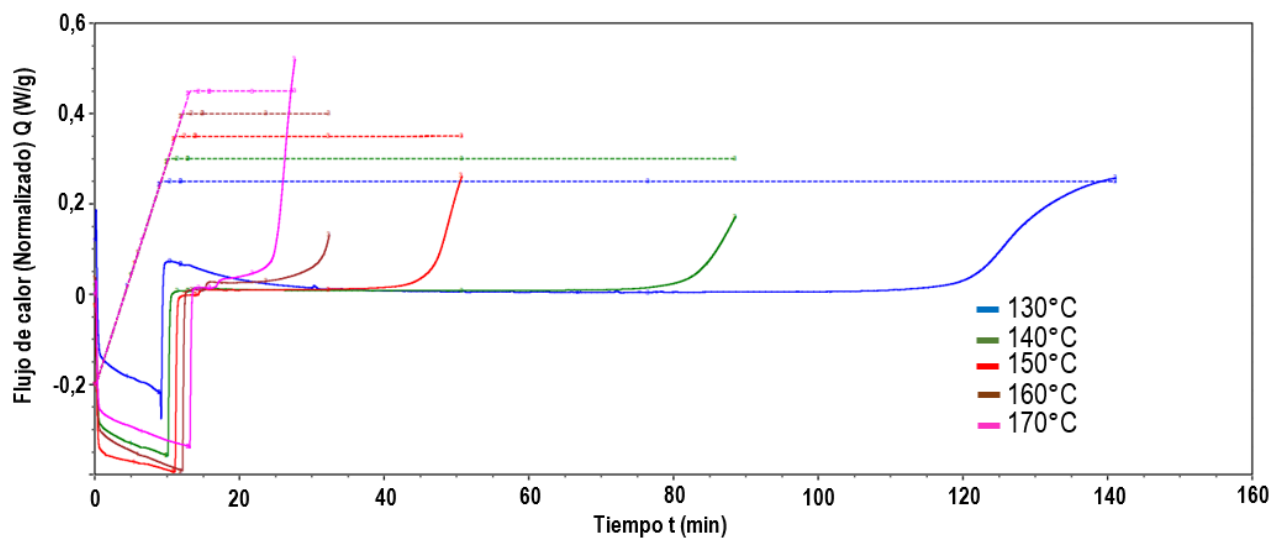


Figura 17. Termogramas de la oxidación isotérmica del aceite de pulpa de chontaduro (*B. gasipaes*) extraído por soxhlet.

En la Figura 16 se muestra una compilación (Overlay) de termogramas de la reacción de oxidación del aceite extraído con asistencia ultrasonido, las isotermas en las que se logró apreciar el efecto son: 120, 130, 140, 150, 160 y 170 °C. La razón por la que se emplearon 6 temperaturas es con el fin de realizar una extrapolación para identificar el tiempo que tardaría en degradarse dicho aceite si se expone al

ambiente, tal como se muestra en la Figura 18A. Por otra parte, en la Figura 17, se presentan los resultados obtenidos para el aceite de chontaduro extraído con Soxhlet, empleando hexano también como solvente y su extrapolación para identificar el tiempo de degradación se presenta en la Figura 18B.

El periodo de tiempo en el que no se produce ningún cambio en la señal del flujo de calor se conoce como tiempo de inducción de oxidación (OIT) y su duración se considera una medida de la estabilidad de los lípidos⁵⁰. La muestra se calienta rápidamente en atmosfera de nitrógeno hasta alcanzar la temperatura que corresponde a un tiempo (t1), el cual es el punto de partida para la determinación de la OIT. A t1, la atmosfera cambia a oxígeno y la muestra se mantiene a la misma temperatura hasta que se alcanza un segundo tiempo (t2) que es cuando empieza a apreciarse el evento térmico. La diferencia entre dichos tiempos corresponde a la OIT.

En este tipo de procedimiento se debe tener cuidado con la elección de una temperatura adecuada para cada isoterma, por lo que se deben realizar ensayos previos. El uso de una temperatura baja podría aumentar considerablemente la OIT, mientras que el uso de una temperatura alta podría oxidar la muestra de inmediato, lo que dificultaría la obtención de una línea base confiable, por lo que tal determinación viene asociada a un grado de incertidumbre elevado⁵⁰.

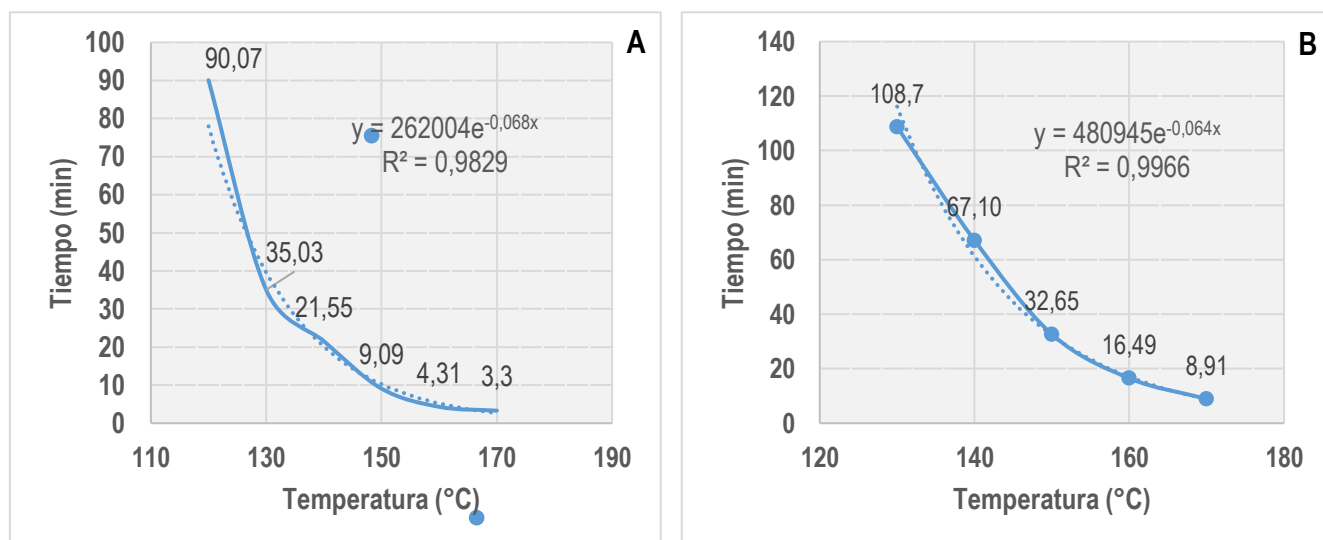


Figura 18. Estabilidad oxidativa del aceite de chontaduro. **A.** Extraído con asistencia ultrasonido (USAE), **B.** extraído con Soxhlet.

Siguiendo con las ecuaciones presentadas en la figura anterior, se tiene que para una temperatura de 25°C (temperatura ambiente), el tiempo en que se oxida el aceite que fue extraído con asistencia ultrasonido, sería equivalente a 33,24 días, tal como se muestra a continuación:

$$y = 262004 e^{-0,068x}$$

$$y = 47863,81 \text{ min}$$

$$47863,81 \text{ min} \times \frac{1 \text{ h}}{60 \text{ min}} \times \frac{1 \text{ día}}{24 \text{ h}} = 33,24 \text{ días}$$

Ecuación 3. Extrapolación de estabilidad oxidativa para aceite de pulpa de chontaduro extraído con asistencia de ultrasonido.

Realizando el procedimiento anterior para el aceite extraído con Soxhlet, se tiene que el tiempo en que se oxida por extrapolación sería de 67,43 días.

Dicho lo anterior es posible decir que evidentemente la estabilidad oxidativa del aceite que se extrajo por Soxhlet es mayor que la estabilidad del que se extrajo con asistencia ultrasonido, pues se requieren mayores tiempos OIT para oxidar el primero. En ese sentido, se considera que la radiación ultrasonido tiene un impacto significativo en la estabilidad oxidativa del aceite.

Según, lo expuesto por Chemat, et al. (2004)⁵¹, efectivamente el uso de ultrasonidos induce a la oxidación de los aceites, que fue verificado inicialmente por la diferencia de propiedades organolépticas (olor desagradable) y se atribuyó esto al efecto de la cavitación. Durante la cavitación se generan choques micromecánicos, que afectan los componentes estructurales y funcionales hasta el punto de oxidación y deterioro de lípidos. La formación, crecimiento y la implosión de burbujas, conduce a la acumulación de energía en puntos calientes, que a su vez conduce a presiones elevadas. Este fenómeno puede provocar la oxidación de lípidos a través de tres mecanismos, que pueden actuar solos o en combinación.

El primer mecanismo que se propone en este reporte es puramente térmico, debido a las altas temperaturas que se pueden alcanzar durante la cavitación. El segundo se debe a los radicales libres generados por sonólisis, la cual se trata de una reacción físico-química en la que se disocia el agua en especies altamente oxidantes como el radical hidroxilo (-OH*), que básicamente facilita la oxidación y degradación de lípidos en otros compuestos de menor peso molecular. El tercero se debe a fuerzas mecánicas (fuerzas de corte) creadas por las microcorrientes y las ondas de choque.

Así pues, aunque el ultrasonido tiene un potencial considerable en el procesamiento de alimentos y extracción de aceites: por ser rápido, más limpio con el medio ambiente y obtener mayores rendimientos, afecta la calidad del aceite significativamente. Se ha comprobado que el sabor y la composición de aceites se deterioran mayoritariamente al aplicar esta radiación, en comparación con la técnica convencional⁵¹.

Aun así, el aceite de *B.gasipaes* presenta valores de OIT mayores que los aceites de cártamo, chía, linaza, maní, girasol, maíz y grosella negra, pero inferiores a los del aceite de oliva⁵¹, independientemente del método de extracción (USAE o Soxhlet). No obstante, se debe tener en consideración que probablemente los procedimientos experimentales para la determinación sean diferentes.

7.7 REACCIÓN DE ESTERIFICACIÓN

7.7.1 Caracterización de la mezcla de reacción por infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) y Calorimetría diferencial de barrido DSC

El resultado de análisis de grupos funcionales mediante espectroscopía infrarrojo se puede ver en la Figura 19 A, para el producto de reacción de la corrida 1. Aquí, se observa que hay un grupo hidroxilo (OH-) que aparece a 3476 cm^{-1} , el cual puede indicar la presencia de humedad en la pastilla de KBr empleada para tal determinación, ya que también se pudo evidenciar en las muestras de aceite de chontaduro y el estándar de palmitato de isopropilo (Figura 19B). No obstante, puede haber un solapamiento de esta señal junto con la señal que se asocia con la presencia de ácidos carboxílicos remanentes en la muestra e incluso isopropanol.

Se observa además la elongación =C-H a 3008 cm^{-1} y las elongaciones simétricas/asimétricas del grupo metilo y metileno en los números de onda entre $2963\text{-}2925\text{ cm}^{-1}$ (CH_3) y 2857 cm^{-1} (CH_2) respectivamente. La elongación del grupo carbonilo alifático de ésteres (C=O) se encuentra en 1751 cm^{-1} . Por otro lado, la elongación (C-O) más significativa se ubica en 1168 cm^{-1} , la cual se asocia comúnmente a compuestos que contienen alcoholes secundarios como el isopropanol. Hay una señal que se atribuye a la flexión asimétrica en el plano CH_3 y CH_2 tijera en 1468 cm^{-1} y por último la vibración oscilante de los grupos sp^3 CH_2 se detecta a 721 cm^{-1} .

En este caso se esperaba apreciar diferencias entre los espectros de la mezcla de reacción y el aceite de chontaduro, particularmente en las señales que se atribuyen al grupo isopropilo comprendidas entre 1178 y 1145 cm^{-1} ⁵². No obstante, no fue posible evidenciar una diferencia notable con las señales exhibidas en el espectro FTIR del aceite de chontaduro extraído (Figura 19B), ya que evidentemente los grupos funcionales presentes en este último son similares, por ejemplo, aquellos triglicéridos, diglicéridos o monoglicéridos presentan señales en esta zona y por tanto hay solapamiento de señales con las de los ésteres de isopropilo^{53,54}, dificultando un análisis cuantitativo por este método.

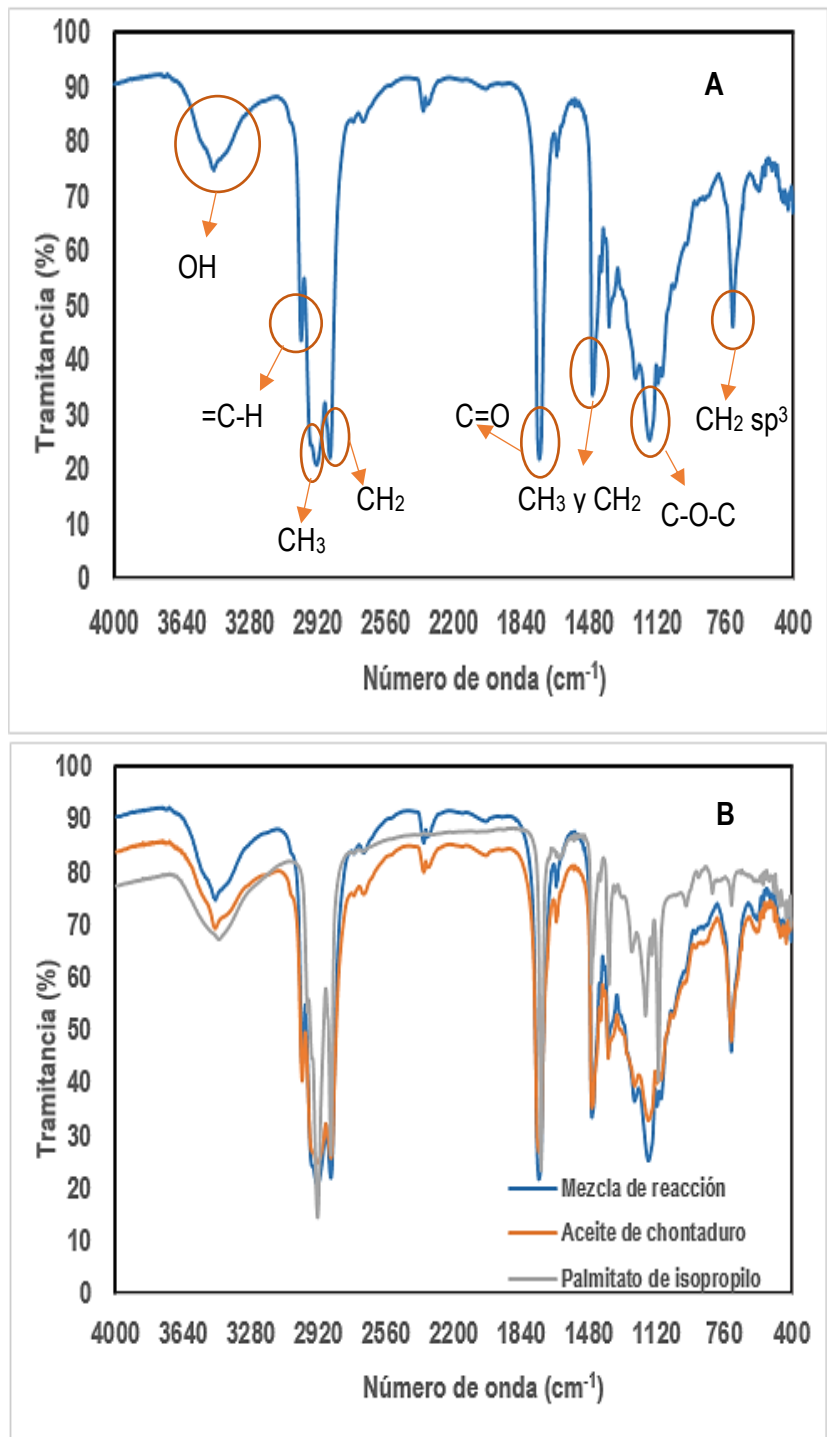


Figura 19. Espectros FTIR **A.** Mezcla de reacción. **B.** Compilación mezcla de reacción, aceite de chontaduro y palmitato de isopropilo.

Por otra parte, se realizó una determinación cualitativa por calorimetría diferencial de barrido (DSC) de palmitato de isopropilo (Figura 20) y de la mezcla de reacción para verificar si aparecían señales diferentes a las exhibidas en el termograma de la mezcla de reacción de la corrida 1 (Figura 21).

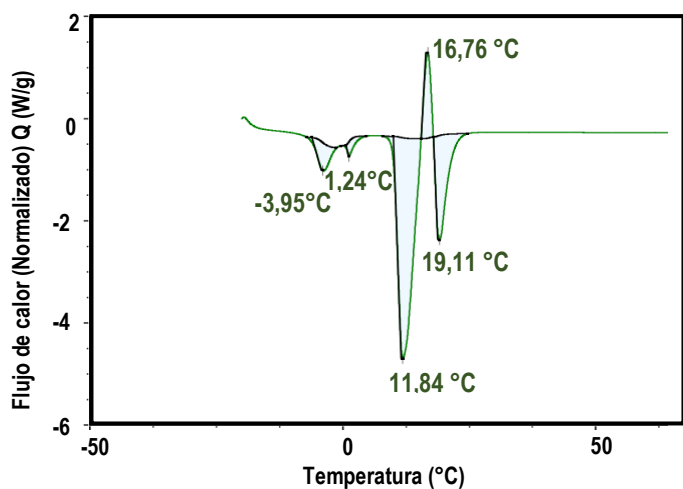


Figura 20. Termograma de palmitato de isopropilo

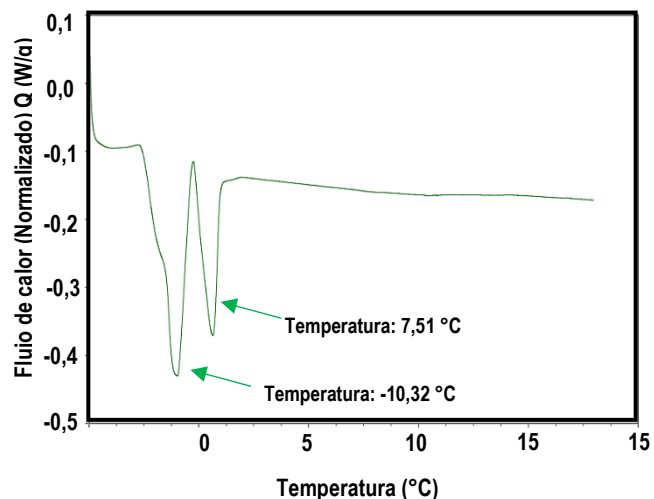


Figura 21. Termograma de mezcla de reacción corrida 1.

En la Figura 21 se pueden apreciar dos señales endotérmicas a las temperaturas de -10,32 y 7,51 °C; mientras que en la Figura 20 se observan tres señales significativas, dos de ellas a 11,84 y 19,11 °C que exhiben un comportamiento endotérmico y una que exhibe un comportamiento exotérmico a 16,76 °C. Con lo anterior, no fue posible verificar la presencia de palmitato de isopropilo en la mezcla de reacción, aplicando DSC.

En el reporte de Basheer, et al. (2013)⁵⁵, expone que al realizar mezclas de agua con palmitato de isopropilo en diferentes proporciones, se pudo apreciar que los eventos térmicos del agua (señal exotérmica a -18,76 °C de congelación y señal endotérmico a 0,36 °C de fusión, en estado puro) estaban ausentes de los termogramas de microemulsiones que contenían <30% de la misma y empezaban a aparecer cuando su contenido era mayor o igual a 30%.

De acuerdo con lo anterior es posible inferir que por propiedades coligativas de todos los componentes de la mezcla (son aquellas que dependen del número de partículas disueltas en una cantidad específica y no de naturaleza propia), no es posible evidenciar la presencia de ésteres de isopropilo por este método, por lo que fue necesario la aplicación de métodos cromatográficos, como se describe en la Sección 7.7.2.

No obstante, el termograma que exhibe la Figura 20, es similar al de palmitato de isopropilo exhibido en dicho reporte.

7.7.2 Análisis estadístico Box-Behnken para la determinación del contenido de ésteres de isopropilo por cromatografía líquida de ultra alto rendimiento (uHPLC) y cromatografía de gases acoplado a masas (GC-MS).

En la Tabla 10, se presenta el diseño experimental Box-Behnken aplicado para la realización de las reacciones, así como también las variables de entrada y de respuesta, es decir, esta última corresponde al porcentaje de rendimiento de la reacción (última columna de la Tabla 10), enfocado únicamente en el éster denominado **palmitato de isopropilo**, el cual proviene del ácido palmítico respectivamente.

Como bien se conoce, la cromatografía en general, es una técnica de separación de compuestos de acuerdo con las afinidades entre la fase estacionaria y la fase móvil, por tal razón, solo fue posible la identificación y cuantificación de palmitato de isopropilo, dado que solo se contaba con este estándar para la cuantificación, desconociendo los tiempos de retención y señales posibles para otros ésteres, en las condiciones de experimentación del presente trabajo.

Tabla 10. Diseño experimental Box-Behnken para la esterificación de aceite de pulpa de *B. gasipaes* con isopropanol.

Orden Estadístico	Orden de Corrida	TipoPt*	Amplitud (%)	Tiempo (s)	Cantidad de isopropanol (mol)	Rendimiento para palmitato de isopropilo (%)	
						uHPLC	GC
24	1	2	40	20	0,4	67,86	56,16
22	2	2	30	30	0,6	31,06	13,48
23	3	2	50	30	0,6	66,05	40,67
16	4	2	30	20	0,5	44,33	31,86
20	5	2	30	30	0,4	26,46	28,69
15	6	0	40	30	0,5	12,34	15,86
13	7	0	40	30	0,5	8,22	11,72
30	8	0	40	30	0,5	13,50	27,01
19	9	2	50	40	0,5	8,70	17,04
27	10	2	40	40	0,6	122,35	98,02
28	11	0	40	30	0,5	6,54	19,16
2	12	2	50	20	0,5	92,61	77,20
26	13	2	40	20	0,6	44,86	29,87
12	14	2	40	40	0,6	96,11	75,73
14	15	0	40	30	0,5	8,66	16,26
7	16	2	30	30	0,6	57,42	13,01

9	17	2	40	20	0,4	60,14	35,00
25	18	2	40	40	0,4	101,33	88,40
5	19	2	30	30	0,4	20,86	24,78
11	20	2	40	20	0,6	40,44	31,08
18	21	2	30	40	0,5	58,92	65,96
6	22	2	50	30	0,4	143,05	127,20
10	23	2	40	40	0,4	95,71	92,79
4	24	2	50	40	0,5	14,55	28,53
21	25	2	50	30	0,4	133,05	88,25
17	26	2	50	20	0,5	69,07	87,13
8	27	2	50	30	0,6	57,37	55,08
29	28	0	40	30	0,5	27,07	17,44
3	29	2	30	40	0,5	50,33	61,45
1	30	2	30	20	0,5	33,98	39,74

TipoPt*: hace alusión al tipo de punto en el diseño de experimentos, donde 0 es un punto central, 1 es un punto vértice y 2 hace referencia a combinaciones de dos niveles.

Nota: Las áreas obtenidas por los dos métodos (uHPLC y GC) para cada experimento, se evidencian en la sección de Anexos 11.12

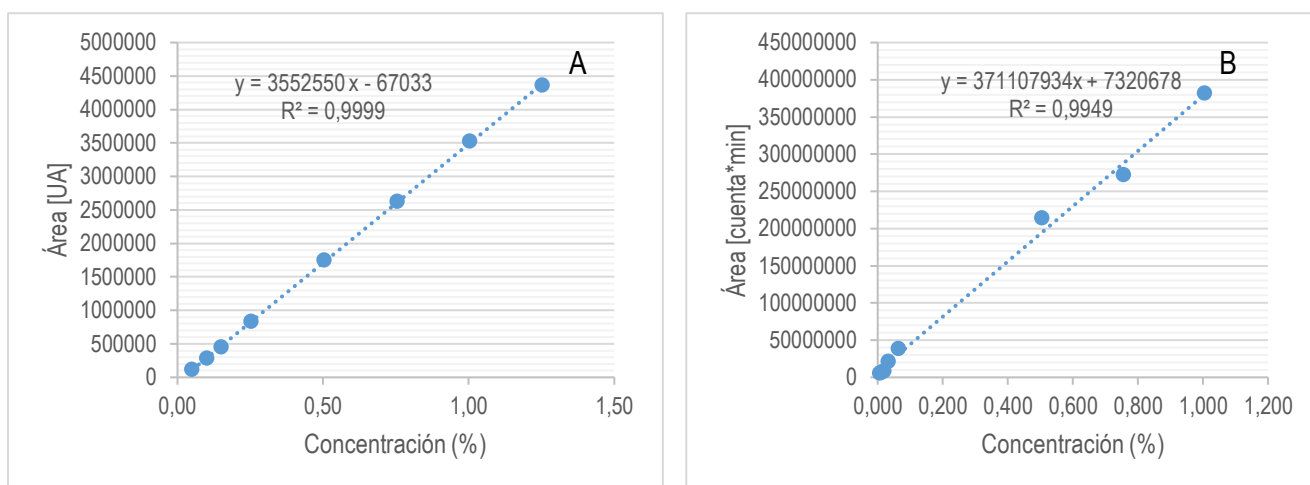


Figura 22. Curvas de calibración para la determinación cuantitativa de palmitato de isopropilo
A. uHPLC-DAD B. GC-MS

Se debe hacer énfasis que se realizaron curvas de calibración para calcular la concentración de palmitato de isopropilo en las muestras, tanto para uHPLC como para GC, como se pueden ver en la Figura 22 (el análisis de regresión y la tabla de concentraciones se encuentra en la sección de Anexos 11.7 - 11.11).

Una vez calculadas las concentraciones en % p/p, se determinó el porcentaje de rendimiento de acuerdo con la Sección 7.4 Tabla 9, en donde se considera la concentración inicial de ácido palmítico de 20,401%, no obstante, se debe tener en cuenta que aquellas muestras donde el rendimiento de reacción supera el 100% puede deberse a que la concentración inicial de dicho compuesto depende de la hidrólisis de triglicéridos y esta puede no haber sido completa en su totalidad.

Así, se puede apreciar que los cuadrados de los coeficientes de correlación lineal (R^2) indican buena linealidad en las curvas de calibración anteriores, siendo mayor para aquella determinada por uHPLC con un valor de 0,9999. Sin embargo, es válido realizar la cuantificación en las dos, debido a que dicho coeficiente es mayor e igual a 0,995.

Se puede ver además que los valores de concentración para las muestras estándar de la **curva B** incluyen valores inferiores a los de la **curva A**, así como también fue necesario pasar muestras más concentradas (factor de dilución de 25) para el análisis por cromatografía de gases, con el fin de que superaran los límites de detección (LOD) y cuantificación (LOQ). Lo anterior sugiere que la diferencia proviene de la naturaleza de las muestras, ya que GC es una técnica adecuada para sustancias que son gaseosas en condiciones ambientales o que pueden cambiar el estado de la materia a la fase gaseosa con el incremento de la temperatura, como son los compuestos volátiles. Por tanto, la GC está "limitada" a compuestos de bajo peso molecular y estables a altas temperaturas. Mientras que HPLC, puede analizar compuestos volátiles y no volátiles, de bajo a alto peso molecular, siempre que sean solubles en una fase líquida, por tal razón, la cuantificación con esta última técnica evidencia mayores porcentajes de rendimiento (Anexos 11.11) ⁵⁶.

Ahora bien, los límites de detección y cuantificación para la curva A fueron: 0,0090% y 0,0301%; y para la curva B: 0,0419% y 0,1397% respectivamente. Con esto es posible realizar una comparación entre las dos técnicas de cuantificación para la determinación de palmitato de isopropilo, en donde evidentemente aquella con mayor sensibilidad del analito es uHPLC.

En la sección de Anexos 11.9, se presentan los coeficientes codificados obtenidos del análisis estadístico de regresión completo del diseño de experimentos para la esterificación del aceite de chontaduro, tanto para uHPLC como para GC en donde se encuentra a su vez el análisis de varianza respectivo.

Se pudo verificar a partir de dicho análisis que para la determinación por uHPLC únicamente la amplitud fue significativa ($p=0,017$) como término independiente. Como interacción de factores resultaron significativos: cantidad de isopropanol*cantidad de isopropanol ($p=0,000$), tiempo*tiempo ($p=0,022$), amplitud*tiempo ($p=0,026$) y amplitud*cantidad de isopropanol ($p=0,012$). Lo anterior se puede ver en el diagrama de Pareto de la Figura 23A.

Además, para la determinación por GC, resultó significativo como término independiente la amplitud ($p=0,013$). Como interacción de dos factores se tiene que aquellos significativos fueron: tiempo*tiempo ($p=0,008$), cantidad de isopropanol*cantidad de isopropanol ($p=0,015$) y amplitud*tiempo ($p=0,011$), tal como se encuentra en la Figura 23B.

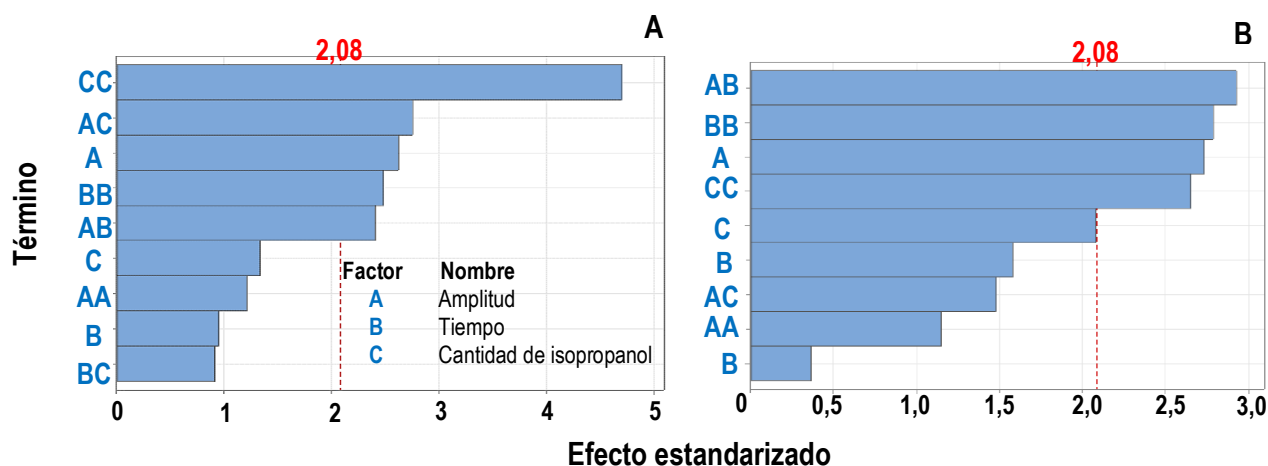


Figura 23. Diagramas de Pareto de efectos estandarizados para el diseño de esterificación.

A. Determinación por uHPLC **B.** Determinación por GC.

Los diseños experimentales exhiben significancia para modelos cuadráticos, así como también exhiben algunos términos significancia para modelos lineales. Esto se puede verificar en las superficies de respuesta que se presentan a continuación para los resultados por uHPLC:

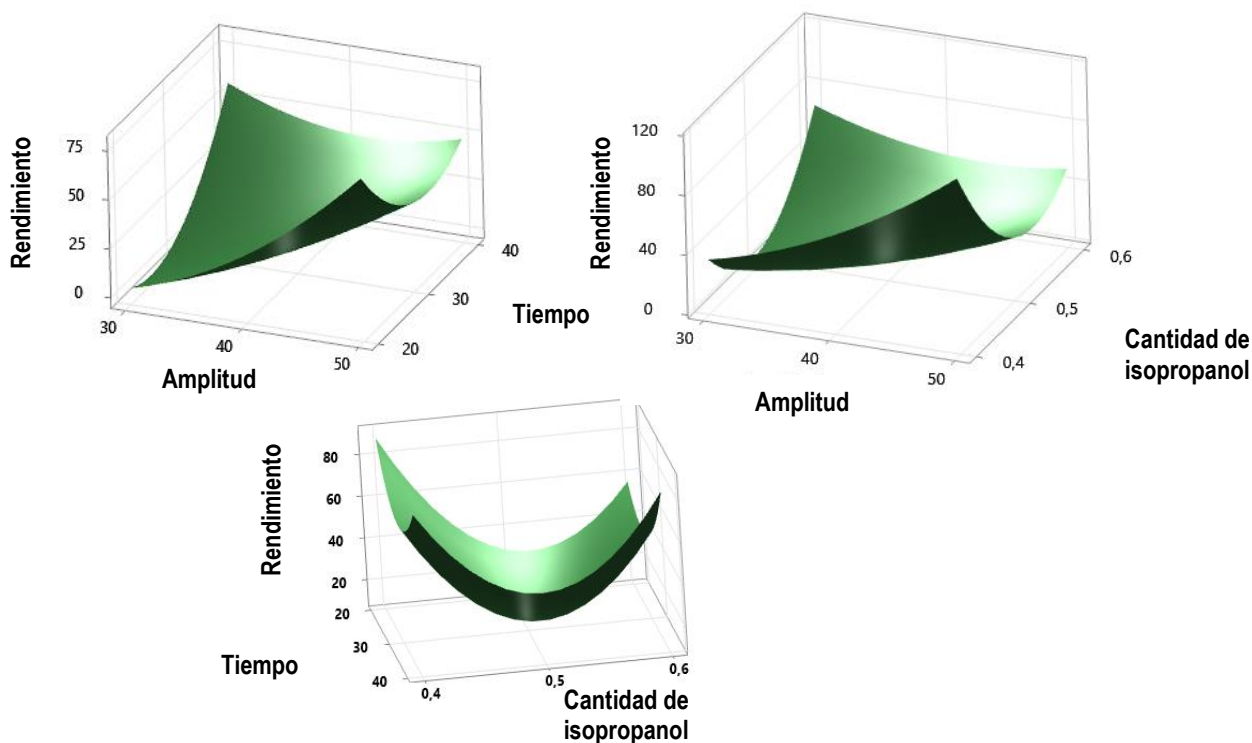


Figura 24. Superficies de rendimiento de palmitato de isopropilo por uHPLC.

Las superficies de rendimiento determinadas por cromatografía de gases se presentan en la sección de Anexos 11.9.5, debido a que siguen un comportamiento muy similar al presentado en la Figura 24.

De acuerdo con la Figura 24, es válido decir que se obtienen rendimientos superiores cuando se emplea una cantidad de solvente de 0,4 mol al compararlo cuando la cantidad de isopropanol es de 0,6 mol. Este

efecto involucra directamente la concentración del catalizador, pues cuando la cantidad de solvente es menor, el ácido estará más concentrado, por tanto, acelera la reacción de formación de productos. Por otro lado, cuando se utiliza una cantidad de solvente de 0,6; se obtienen buenos resultados, mayores al compararlos cuando se emplea 0,5 mol de isopropanol. En este caso, la mayor cantidad de isopropanol en el sistema contribuye a una mayor intensidad de cavitación, lo que produce efectos beneficiosos porque facilita la propagación de energía, la transferencia de masa por mezcla uniformes a micronivel y la disolución de los compuestos, así como también reduce la limitación del equilibrio¹.

Además, se puede apreciar que hay un rendimiento superior cuando la amplitud se encuentra en su valor máximo y la cantidad de solvente es mínima. A mayor amplitud se incrementa la energía (ver energías para cada experimento en el Anexo 11.8) y el tamaño de las burbujas de cavitación, lo que conduce a un colapso más intenso de las burbujas que forman emulsiones muy finas y estables. Esta rápida emulsificación acelera el transporte de reactivos hacia y desde el límite entre las dos fases de aceite e isopropanol, lo que da como resultado una mayor superficie interfacial para la transferencia de masa y por tanto un mayor rendimiento ⁵⁷.

Con respecto al tiempo de pulso, se puede decir que se obtienen buenos rendimientos en los puntos mínimos y máximos. Lo anterior puede asociarse con el tiempo total de reacción, es decir, para tiempo de pulso de 20 s, la reacción tarda 45 min; mientras que para tiempos de pulso de 40 s la reacción tarda 22,5 min. Lo anterior se debe a que el sistema se programó para tiempo on (encendido de la sonda) de 15 min, en ese caso no se cuenta el tiempo off y por ende el tiempo de reacción (conexión de todo el sistema) se ve modificado.

El mismo efecto ocurre cuando se relaciona el tiempo con la cantidad de solvente, por tal razón se observan los extremos superiores de rendimiento para tiempos mínimos y máximos, e inferiores para intermedios. En ese caso cuando el tiempo de pulso es de 40 s se irradia más energía al sistema (mayor efecto sonoquímico), pero el tiempo de reacción es más corto, mientras que con 20 s la irradiación es menor, pero el tiempo total de reacción es más prolongado.

Hasta aquí se puede mencionar que el punto óptimo de mayor rendimiento que sea adecuado para la reacción de esterificación con isopropanol y aceite de chontaduro es cuando la cantidad de solvente es de 0,4 mol, la amplitud de 50% y el tiempo de pulso es de 20 s, según lo que reporta el software. En el diseño de experimentos, se puede ver que aquella que representa un rendimiento mayor es la muestra 22 con características 50% de amplitud, 30 s de pulso on y 0,4 mol de isopropanol.

Se llega a la misma conclusión con el análisis de superficies de respuesta asociadas con la determinación por cromatografía de gases (GC). Es válido mencionar que el análisis por esta técnica cromatográfica se realizó con el fin de identificar otros ésteres de isopropilo, en ese sentido se encontró además del palmitato de isopropilo, otros ésteres, como son: oleato de isopropilo, linoleato de isopropilo y palmitoleato de isopropilo (9-hexadecanoato de isopropilo), según la biblioteca del equipo. A continuación, se exhibe en la Figura 25, el cromatograma correspondiente para la muestra 10, en la sección de Anexos 11.13 se encontrarán los espectros de masas de los componentes encontrados en dicho cromatograma.

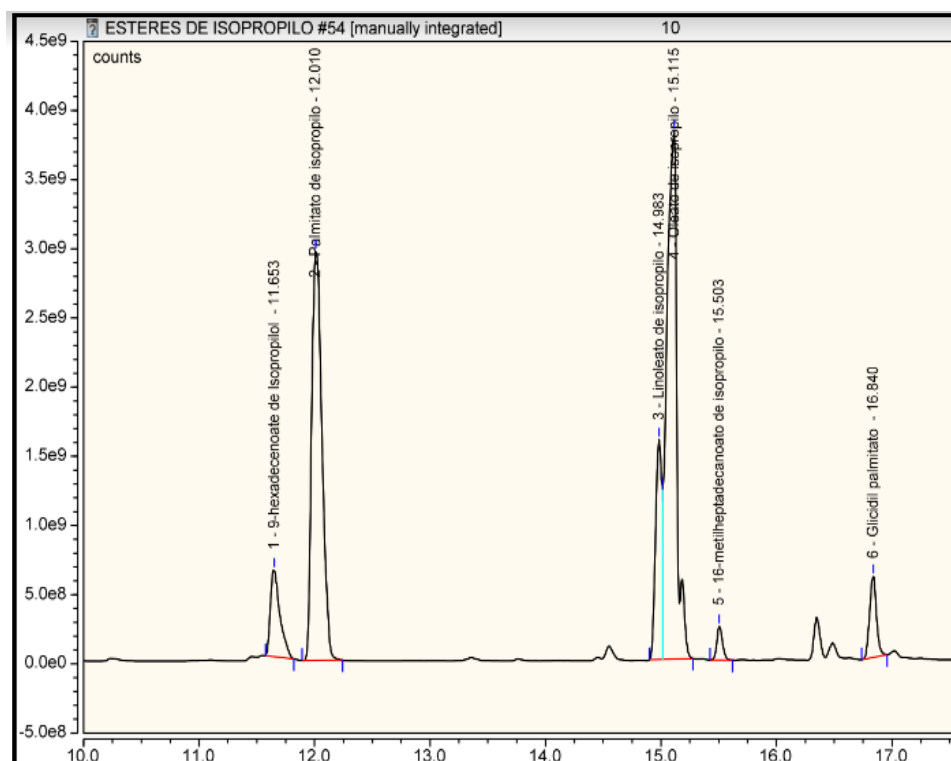


Figura 25. Cromatograma obtenido por GC-MS de la muestra de reacción orden de corrida 10.

Dado que no se disponía de los estándares de dichos ésteres, se optó por realizar una relación aproximada de acuerdo con las áreas de cada uno de estos compuestos en todas las muestras de reacción respecto de las áreas de palmitato de isopropilo. Así, se obtuvo que, **en promedio** de las 30 muestras, la concentración de oleato de isopropilo es 1,42 veces mayor que la de palmitato de isopropilo y éste último esta 3,75 veces más concentrado que el linoleato de isopropilo y 5,78 veces mayor que el palmitoleato de isopropilo (Anexos 11.13). No obstante, se conserva la relación de que la concentración de los compuestos mencionados incrementa cuando se incrementa la de palmitato de isopropilo.

Por último, es necesario decir que las condiciones empleadas para las reacciones de esterificación de este trabajo son suficientes para alcanzar rendimientos superiores al 80% en tiempos cortos de 20 min. Según Pacheco, et al. (2014)¹⁷, reporta que, a nivel de literatura, en condiciones donde no se emplea la sonoquímica, se requieren de tiempos que oscilan entre 4 a 6 h para alcanzar un rendimiento de ésteres de etilo superior al 80%.

Ahora bien, dado que, entre los componentes de las mezclas de reacción, los que más se destacan son el oleato de isopropilo y palmitato de isopropilo, se considera que dichos productos se pueden emplear en formulaciones cosméticas y farmacéuticas, tales como: aceites de baño, cremas, lociones, maquillaje, productos para el cuidado del cabello, desodorantes, bronceadores, acondicionadores, etc^{58,59}.

Las concentraciones de palmitato de isopropilo que se emplean para algunas formulaciones se exhiben en la Tabla 11.

Tabla 11. Concentraciones de palmitato de isopropilo en formulaciones cosméticas y farmacéuticas.

Uso	Concentración (% p/p)
Perfume	0,005-0,02
Detergente	0,2-0,8
Jabón	0,05-0,2
Aerosol tópico	3,36
Cremas y lociones tópicas	0,05-5,5
Fármacos	5-20

Las concentraciones de oleato de isopropilo no se reportan comúnmente dado que este componente se añade como aglutinante o acondicionador en las formulaciones cosméticas⁵⁸.

Por otro lado, se ha encontrado el linoleato de isopropilo en las mezclas de reacción, el cual se ha empleado también en formulaciones. Un informe de la revista Journal of the American College of Toxicology (2007)⁶⁰, reporta el uso de este compuesto en 21 productos cosméticos en concentraciones que van desde 0,1 hasta 10%, particularmente en Japón, empleado como agente emoliente acondicionador de la piel.

8. CONCLUSIONES

El diseño experimental Box Behnken asociado a la extracción del aceite de chontaduro, exhibe un modelo lineal, en el cual se encontró que los factores significativos en el porcentaje de rendimiento fueron: amplitud de potencia ultrasonido y cantidad de solvente.

El aceite extraído con asistencia ultrasonido presentó una concentración de ácidos grasos insaturados mayor que la concentración de ácidos grasos saturados, por tal motivo puede ser llamativo para la aplicación en la industria cosmética y farmacológica, ya que sirve como emoliente, en productos de cuidado personal y también se puede emplear en productos que incluyen acción antimicrobiana, antiinflamatoria y antioxidante.

La energía de ultrasonido indujo a la oxidación de los aceites, principalmente debido al proceso de cavitación. Este efecto se reflejó en la estabilidad oxidativa, la cual fue menor para el aceite extraído con asistencia ultrasonido al compararlo con el aceite extraído por Soxhlet.

Se optimizaron las reacciones de esterificación de aceite de pulpa de chontaduro e isopropanol, a través de un diseño experimental Box-Behnken y los factores de respuesta se atribuyeron al rendimiento de palmitato de isopropilo cuantificado por dos técnicas cromatográficas que fueron: cromatografía líquida de ultra alta resolución (uHPLC) y cromatografía de gases (GC). Esta técnica estadística permitió reconocer que el punto óptimo para la síntesis de ésteres de isopropilo se obtiene con las siguientes condiciones: amplitud de ultrasonido de 50%, tiempo de pulso de 20 s y cantidad de isopropanol de 0,4 mol.

La síntesis de ésteres de isopropilo asistida con ultrasonido, como se propuso en este trabajo de grado, contribuye con la química verde en el sentido de que cumple con los siguientes aspectos: previene la generación de residuos, disminuye el consumo de energía, emplea materias primas renovables, reduce los productos derivados, emplea catálisis y minimiza los riesgos de accidentes.

9. RECOMENDACIONES

Se recomienda estudiar otras especies de chontaduro en el departamento del Cauca (naranja y amarillo) con el fin de establecer las diferencias en sus componentes lipídicos y su posible aplicación.

En cuanto al diseño Box-Behnken para la extracción de aceite, se recomienda emplear variables de entrada diferentes a las que se plantearon en este trabajo de grado o bien emplear modelos de diseño experimental menos complejos que permitan identificar otros comportamientos en la superficie de respuesta, con el fin de dar puntos óptimos.

Como estrategia de continuidad del presente trabajo se recomienda generar productos de aplicación de los ésteres de isopropilo obtenidos a partir de aceite de chontaduro para evidenciar sus características a nivel industrial.

10. BIBLIOGRAFÍA

1. Maulida A, Zahрати, Kamila H, Mukhriza T, Gani A, Supardan MD. Intensification of synthesis of fatty acid isopropyl ester using microwave. *International Journal of Technology*. 2020;11(3):492-500. doi:10.14716/ijtech.v11i3.3513
2. Vassilev D, Petkova N, Koleva M, Denev P. Ultrasound-assisted method for the synthesis of tertiary fatty aliphatic esters with potential antimicrobial activity. *Biointerface Res Appl Chem*. 2020;10(6):6829-6836. doi:10.33263/BRIAC106.68296836
3. Oliveira PA, Baesso RM, Morais GC, Alvarenga A V., Costa-Félix RPB. Ultrasound-assisted transesterification of soybean oil using low power and high frequency and no external heating source. *Ultrason Sonochem*. 2021;78. doi:10.1016/j.ultsonch.2021.105709
4. Derviş B. Obtención y caracterización de materiales poliméricos a partir de aceite de chontaduro (*Bactris Gasipaes*). Universidad Icesi; 2013.
5. Restrepo Osorio J, Estupiñán R. JA. Potencial del chontaduro (*Bactris gasipaes H.B.K*) como fuente alimenticia de alto valor nutricional en países tropicales. *Revista de Ciencias*. Published online 2007:8. [https://bibliotecadigital.univalle.edu.co/bitstream/handle/10893/8869/Potencial del Chontaduro como Fuente Alimenticia.pdf;jsessionid=2935688D326A0B2E05E4A83CFE600658?sequence=1](https://bibliotecadigital.univalle.edu.co/bitstream/handle/10893/8869/Potencial%20del%20Chontaduro%20como%20Fuente%20Alimenticia.pdf;jsessionid=2935688D326A0B2E05E4A83CFE600658?sequence=1)
6. Serrano L, Guaran J. Estudio de la viabilidad de exportación de chontaduro en conserva desde Colombia a países bajos. Universidad Autónoma de Occidente; 2019.
7. MINAGRICULTURA GOBIERNO DE COLOMBIA. Área sembrada y área cosechada del cultivo de chontaduro. *Ministerio de Agricultura y Desarrollo Rural*. Published online 2017:5-8.
8. Martínez-Girón J, Rodríguez-Rodríguez X, Pinzón-Zárate LX, Ordóñez-Santos LE. Caracterización fisicoquímica de harina de residuos del fruto de chontaduro (*Bactris gasipaes Kunth, Arecaceae*) obtenida por secado convectivo. *Corpoica Ciencia y Tecnología Agropecuaria*. 2017;18(3):599-613. doi:10.21930/rcta.vol18_num3_art:747
9. Restrepo J, Estupiñán JA, Colmenares AJ. Estudio comparativo de las fracciones lipídicas de *Bactris gasipaes Kunth* (chontaduro) obtenidas por extracción Soxhlet y por extracción con CO₂ supercrítico. *Revista Colombiana de Química*. 2016;45:5-9. <https://www.redalyc.org/pdf/3090/309046631001.pdf>
10. Chaparro M. Obtención de aceite a partir de los residuos del chontaduro. Universidad del Valle; 2011. http://ridum.umanizales.edu.co:8080/jspui/bitstream/6789/377/4/Muñoz_Zapata_Adriana_Patricia_Artículo_2011.pdf
11. Cala Gaitán G, Bernal Castillo G. Procesos modernos de extracción de aceite de palma.; 2008.
12. Goicochea Ruiz E. Diseño de un molino extrusor de 60 quintales por mes de producción para la extracción de aceite del fruto de palmeras (Chonta) en el caserío Mashuyacu-Rioja. *Universidad Nacional Pedro Ruiz Gallo*. Published online 2017. <http://repositorio.unprg.edu.pe/handle/UNPRG/2245>
13. Gonzales M. Ultrasonido asistido por cavitación disruptor de la pared de semilla de zapallo (*Cucúrbita Máxima Duch*) variedad macre para acelerar el proceso de extracción sólido-líquido. Universidad Nacional de San Agustín; 2018.
14. Ciau Solís N, Rosado Rubio G, Chel Guerrero L, Betancur Ancona D. Aplicación de métodos enzimáticos para la extracción de aceite de chía (*Salvia hispánica L*). *Journal of Negative & No Positive Results*. 2016;1(2):50-55. doi:10.19230/jonnpr.2016.1.2.971
15. Grasso V. Estudios para la extracción de aceites vegetales con pretratamiento enzimático en un extractor columna. 2013. 2013;(GRASAS Y ACEITES):194.

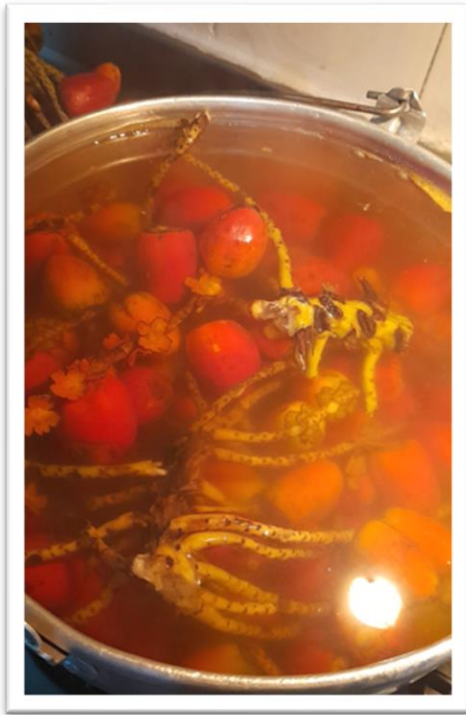
16. Patiño MC. Diseño de un sistema mecánico para la extracción de aceite de chontaduro (*Bactris gasipaes*). Published online 2021:6.
17. Pacheco BS, Nunes CFP, Rockembach CT, et al. Eco-friendly synthesis of esters under ultrasound with p-toluenesulfonic acid as catalyst. *Green Chem Lett Rev.* 2014;7(3):265-270. doi:10.1080/17518253.2014.941950
18. Hobuss CB, Venzke D, Pacheco BS, et al. Ultrasound-assisted synthesis of aliphatic acid esters at room temperature. *Ultrason Sonochem.* 2012;19(3):387-389. doi:10.1016/j.ultsonch.2011.06.020
19. May CY. Transesterification of Palm Oil : Effect of Reaction Parameters. 2004;16(2):1-11.
20. Hájek M, Vávra A, de Paz Carmona H, Kocík J. The catalysed transformation of vegetable oils or animal fats to biofuels and bio-lubricants: A review. *Catalysts.* 2021;11(9):1-30. doi:10.3390/catal11091118
21. Mazo P, Restrepo G, Rios L. Alternative methods for fatty acid alkyl-esters production: microwaves, radio-frequency and ultrasound. *Biodiesel - Feedstocks and Processing Technologies.* 2011;(November 2011). doi:10.5772/25289
22. Ullah F, Dong L, Bano A, Peng Q, Huang J. Current advances in catalysis toward sustainable biodiesel production. *Journal of the Energy Institute.* 2016;89(2):282-292. doi:10.1016/j.joei.2015.01.018
23. Rutkowska M, Namieśnik J, Konieczka P. Ultrasound-assisted extraction. *The Application of Green Solvents in Separation Processes.* Published online 2017:301-324. doi:10.1016/B978-0-12-805297-6.00010-3
24. BETELGEUX. La higiene en industrias cárnicas: el reto de la eficiencia. Published 2015. <https://www.betelgeux.es/blog/2015/05/12/la-higiene-en-industrias-carnicas-el-reto-de-la-eficiencia/>
25. BIOINFORMATICA EN COLOMBIA. Estudiantes de la Nacional producen cosméticos con aceite de chontaduro. Published 2017. <https://bioinformaticaencolombia.blogspot.com/2017/06/estudiantes-de-la-nacional-producen.html>
26. Cabeza BA, Puig G, Larripa H, Isabel C. Transformación de derivados de ácidos grasos para la obtención de productos de interés industrial / Beatriz Angulo Cabeza. Published online 2019.
27. Chalarca L, Jurado J, Cruz P, Betancourth A. Factibilidad del uso de aceite de chontaduro en la industria cosmética del Valle del Cauca. *Semanthic Scholar.* Published 2018. <https://www.semanticscholar.org/paper/Factibilidad-del-uso-de-aceite-de-chontaduro-en-la-Henao-Jurado/f6dbcd56a4b05dcaa01533cc2447c1387ecbf653>
28. Bergfeld WF, Donald FACP, Belsito V, et al. Amended safety assessment of alkyl esters as used in cosmetics. Published online 2013.
29. Miyahara R. Emollients. *Cosmetic Science and technology: Theoretical principles and applications.* Published online 2017:245-253. doi:10.1016/B978-0-12-802005-0.00016-1
30. Guarrasi V, Mangione MR, Sanfratello V, Martorana V, Bulone D. Quantification of underivatized fatty acids from vegetable oils by HPLC with UV detection. *J Chromatogr Sci.* 2010;48(8):663-668. doi:10.1093/chromsci/48.8.663
31. Garbanzo C, Pérez AM, Castro MLP, Vaillant F. Major physicochemical and antioxidant changes during peachpalm (*Bactris gasipaes h.b.k.*) flour processing. *Fruits.* 2012;67(6):415-427. doi:10.1051/fruits/2012035
32. Oliveira D, Martínez J, Andrade M, Garnica G, Chang K. Use of pejobaye flour (*Bactris gasipaes Kunth*) in the production of food pastas. *Int J Food Sci Technol.* 2006;41(8):933-937.

33. Petruzzi L, Corbo MR, Sinigaglia M, Bevilacqua A. *Microbial spoilage of foods: Fundamentals*. Elsevier Ltd; 2017. doi:10.1016/B978-0-08-100502-6.00002-9
34. Yuyama L, Aguiar J, Yuyama C, Clement S, Macedo D, Vannuncchi H. Chemical composition of the fruit mesocarp of three peach palm (*Bactris gasipaes*) populations grown in central Amazonia Brazil. *International Journal of Food Science and Nutrition*. 2003;54(1):49-56.
35. Salinas ML. Evaluación nutricional de la cáscara de chontaduro (*Bactris gasipaes*) como alternativa en la alimentación animal. Published online 2014. <https://cutt.ly/gV85FkC>
36. Pájaro NP, Verbel JT. Química verde: un nuevo reto. *Ciencia e ingeniería Neogranadina*. 2011;21(2):169-182.
37. Avalos N. Evaluación química del proceso degradativo de los aceites de soya, maíz y girasol en la industria de las frituras. Universidad Autónoma Agraria AntonioNarro; 2003.
38. Córdoba F. Producción de biodiesel a partir de aceite vegetal extraído del fruto de la palma *bactris gasipaes* (chontaduro). Published online 2016:94. [https://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/9818/Trabajo final Maestria Fausto.pdf?sequence=1](https://repository.unilibre.edu.co/bitstream/handle/10901/9818/Trabajo%20final%20Maestria%20Fausto.pdf?sequence=1)
39. COMISION CODEX ALIMENTARIUS. Inclusion de ácidos grasos libres como criterio de características de calidad para aceites refinados. *Angewandte Chemie International Edition*, 6(11), 951–952. 2019;119(4):361-416.
40. Carranco Jáuregui ME, Calvo Carrillo M de la concepción, Pérez Gil F. Carotenoides y su función antioxidante: Revisión. *Arch Latinoam Nutr*. 2011;61(3):233-241. <http://web.b.ebscohost.com/ehost/pdfviewer/pdfviewer?sid=c580077b-7860-455c-ad18-33586354430b%40sessionmgr104&vid=0&hid=118>
41. Micanquer, Adriana; Cadena, Edith; Pinzón X. Extracción enzimática acuosa de aceite a partir de semilla de chontaduro (*Bactris gasipaes*). *Procesos biotecnológicos para la agroindustria*. 2012;(March).
42. AOCS Official Method Cd 1d-92. Iodine Value of Fats and Oils--Cyclohexane-Acetic Acid Method. *AACC International Approved Methods*. Published online 1997:1-3. doi:10.1094/aaccintmethod-58-30.02
43. Quilligana R. Evaluación de los niveles de aceite de semilla de chontaduro (*Bactris Gasipaes*) en la obtención de un jabón en barra. Universidad Estatal Amazónica; 2015. http://repositorio.uea.edu.ec/xmlui/bitstream/handle/123456789/83/QUILLIGANA_PUNINA_ROSA_EL_VIA.pdf?sequence=1&isAllowed=y
44. CODEX ALIMENTARIUS. Norma para aceites vegetales especificados. Published online 1999:2.
45. Liscano, Leydy; Samboni A. Evaluación del efecto de la adición de harina de chontaduro (*Bactris Gasipaes*) variedad rojo cauca en un snack extruido a base de maíz. 2019.
46. Alexandervich S, Sorel J, Quesada S, Diaz C, Murillo E. Carotenoid composition and antioxidant activity of the raw and boiled fruit mesocarp of six varieties of *Bactris Gasipaes* essential oils from lauraceae View Project Red CATAF-Technological Use of Sub-Utilized Fruits for Developing Functional Foods: Evaluation of Fruits of the Genus Psidium View Project. <https://www.researchgate.net/publication/49621533>
47. Castillo MG, Kafarov V, Guzmán ; Alexander, Garzón L. Influence of temperature during crude palm oil hydrotreating over NiMo/γ-Al₂O₃ Catalysts.; 2013.
48. Sathivel S, Prinyawiwatkul W, Negulescu II, King JM. Determination of melting points, specific heat capacity and enthalpy of catfish visceral oil during the purification process. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*. 2008;85(3):291-296. doi:10.1007/s11746-007-1191-9
49. Higuera S. Evaluación de La cristalización de grasas derivadas de aceite de palma como agentes aglutinantes en sazónadores en polvo prensados. 2021.

50. Saldaña M, Martínez S. Applications of calorimetry in a wide context. *IntechOpen*. Published online 2013:445-474.
51. Chemat F, Grondin I, Costes P, Moutoussamy L, Sing ASC, Smadja J. High power ultrasound effects on lipid oxidation of refined sunflower oil. *Ultrason Sonochem*. 2004;11(5):281-285. doi:10.1016/j.ultsonch.2003.07.004
52. Prado JI, Calviño U, Lugo L. Phase change characterization of eco-friendly isopropyl palmitate-based graphene nanoplatelet nanofluid for thermal energy applications. *J Mol Liq*. 2022;360:119456. doi:10.1016/j.molliq.2022.119456
53. Xu X, Chen L, Guo J, Cao X, Wang S. Synthesis and characteristics of tung oil-based acrylated-alkyd resin modified by isobornyl acrylate. *RSC Adv*. 2017;7(48):30439-30445. doi:10.1039/c7ra02189e
54. Vafakish B, Barari M. Biodiesel Production by transesterification of tallow fat using heterogeneous catalysis. *Kemija u industriji/Journal of Chemists and Chemical Engineers*. 2017;66(1-2):47-52. doi:10.15255/KUI.2016.002
55. Basheer HS, Ibrahim Noordin M, Ghareeb MM. Characterization of microemulsions prepared using isopropyl palmitate with various surfactants and cosurfactants. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*. 2013;12(3):305-310. doi:10.4314/tjpr.v12i3.5
56. Torres J. HPLC and GC: 6 Fundamental differences made simple to enhance your research. BiteSizeBio. Published 2022. <https://bitesizebio.com/29109/run-fly-comparison-hplc-gc/>
57. Ho WWS, Ng HK, Gan S, Chan WL. Ultrasound-assisted transesterification of refined and crude palm oils using heterogeneous palm oil mill fly ash supported calcium oxide catalyst. *Energy Sci Eng*. 2015;3(3):257-269. doi:10.1002/ese3.56
58. Wilson F, Loughran D. The link between function and structure of esters. *Personal Care Europe*. 2017;(11):57-60.
59. Rowe RC, Sheskey PJ, Owen SC, AK T. *Handbook of Pharmaceutical Excipients Fifth Edition.*; 2005.
60. McLain VC. Final report on the safety assessment of Polyethylene. *Int J Toxicol*. 2007;26(SUPPL. 1):115-127. doi:10.1080/10915810601163962

11. ANEXOS

11.1 FOTOGRAFÍAS



Cocción de chontaduro y separación del racimo



Descascarado de chontaduro y secado en estufa

11.2 DATOS EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO ASISTIDO CON SONDA ULTRASONIDO

Tabla 12. Datos experimentales para la extracción de aceite de chontaduro.

Orden de corrida	Masa muestra (g)	Masa solvente (g)	Masa aceite (g)	Amplitud (%)	Tiempo (s)	Energía (J)
1	30,00	240,08	4,31	30	20	17317
2	30,00	240,44	4,16	25	25	13539
3	30,12	240,96	4,17	25	25	13934
4	30,07	180,61	4,15	20	25	11401
5	30,03	180,58	4,16	30	25	15706
6	30,13	180,84	4,16	30	25	16153
7	30,02	237,98	4,33	30	30	16353
8	30,00	243,91	4,21	25	25	13570
9	29,99	242,95	4,15	20	30	11562
10	30,12	301,28	4,28	20	25	10482
11	30,50	240,07	4,15	20	20	10861
12	30,12	299,46	4,22	20	25	12299
13	30,01	240,44	4,13	20	20	11630
14	30,01	238,09	4,15	30	20	17537
15	30,83	298,36	4,37	25	20	17473
16	30,46	238,30	4,15	20	30	11941
17	30,55	301,48	4,34	25	20	17397
18	30,01	176,07	4,04	25	30	14250
19	30,14	238,73	4,21	25	25	15540
20	30,01	180,92	3,98	25	20	15361
21	30,02	237,14	4,03	25	25	14167
22	30,04	251,16	4,09	30	30	17153
23	29,93	298,74	4,23	25	30	17628
24	30,10	237,33	4,15	25	25	16099
25	29,56	291,41	4,25	30	25	21346
26	29,28	190,45	3,86	25	20	17148

27	30,09	179,69	3,99	20	25	14210
28	30,40	183,22	4,04	25	30	17482
29	30,12	291,77	4,52	30	25	22475
30	30,70	294,03	4,61	25	30	19414

11.3 CÁLCULOS DE REQUERIMIENTOS FISICOQUÍMICOS NORMATIVOS PARA LA CALIDAD DE ACEITE DE CHONTADURO

11.3.1 Cálculo del índice de saponificación

Tabla 13. Datos experimentales para la medición del índice de saponificación.

Masa del aceite[g]	Volumen de HCl 0.561N empleado con aceite [mL]	Volumen de HCl 0.561N empleado con blanco [mL]	Índice de saponificación [mg KOH/g]
0,9765	23,80	30,5	215,938
1,3378	21,35	30,5	215,256

Para determinar el índice de saponificación de este aceite se emplea la siguiente ecuación:

$$I_s = \frac{56.1 (B - M)N}{W}$$

Ecuación 4. Cálculo del índice de saponificación.

Donde:

I_s , es el índice de saponificación del aceite.

B, es el volumen del estándar de HCl requerido para el blanco.

M, es el volumen del estándar de HCl requerido para la muestra de aceite.

N, es la normalidad del HCl.

W, es la masa del aceite.

11.3.2 Cálculo del índice de acidez

Tabla 14. Datos experimentales para la medición del índice de acidez.

Masa del aceite [g]	Volumen de KOH 0.144 N con aceite [mL]	Volumen de KOH 0.144N con blanco [mL]	Índice de ácidos grasos libres [mg KOH/ g]
1,0067	0,30	0,05	2,006
0,5729	0,20	0,05	2,115

Para determinar el índice de acidez de este aceite se emplea la siguiente ecuación:

$$I_a = \frac{56.1 (M - B)N}{W}$$

Ecuación 5. Cálculo del índice de acidez.

Donde:

I_a, es el índice de acidez del aceite.

M, es el volumen del estándar de KOH requerido para la muestra de aceite.

B, es el volumen del estándar de KOH requerido para el blanco.

N, es la normalidad del KOH.

W, es la masa del aceite.

11.3.3 Cálculo del índice de yodo

Tabla 15. Datos experimentales para la medición del índice de yodo.

Masa del aceite [g]	Volumen de Na ₂ S ₂ O ₃ 0.099N con aceite [mL]	Volumen de Na ₂ S ₂ O ₃ 0.099N con blanco [mL]	Índice de yodo [g I ₂ /100g]
0,3159	18,15	22,70	18,095
0,3156	18,10	22,70	18,311

Para determinar el índice de yodo de este aceite se emplea la siguiente ecuación:

$$I_y = \frac{12,69 (B - M)N}{W}$$

Ecuación 6. Cálculo del índice de yodo.

Donde:

I_y, es el índice de yodo.

B, es el volumen del estándar de Na₂S₂O₃ requerido para el blanco.

M, es el volumen del estándar de Na₂S₂O₃ requerido para la muestra de aceite.

N, es la normalidad del Na₂S₂O₃.

W, es la masa del aceite.

11.4 ESTADÍSTICA PARA LA EXTRACCIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO

11.4.1 Coeficientes codificados

Tabla 16. Coeficientes codificados para el diseño experimental de extracción.

Término	Coficiente	Error estándar del coeficiente	Valor T	Valor p
Constante	13,82	0,120	115,39	0,000
Relación solvente:muestra	0,4531	0,0733	6,18	0,000
Amplitud	0,2	0,0733	2,73	0,013
Tiempo	0,0631	0,0733	0,86	0,400
Relación solvente: muestra*Relación solvente: muestra	0,086	0,108	0,8	0,434
Amplitud*Amplitud	0,13	0,108	1,2	0,243
Tiempo*Tiempo	-0,066	0,108	-0,61	0,546
Relación solvente: muestra*Amplitud	0,066	0,104	0,64	0,530
Relación solvente: muestra*Tiempo	0,057	0,104	0,55	0,585
Amplitud*Tiempo	-0,031	0,104	-0,3	0,766

11.4.2 Análisis de varianza

Tabla 17. Análisis de varianza para el diseño experimental de extracción.

Fuente	Grados de libertad	Suma de Cuadrados Ajustadas	Cuadrados medios Ajustados	Valor F	Valor p
Modelo	9	4,27611	0,47512	5,52	0,001
Lineal	3	3,98891	1,32964	15,45	0,000
Relación solvente: muestra	1	3,28516	3,28516	38,170	0,000
Amplitud	1	0,64	0,64	7,440	0,013
Tiempo	1	0,06376	0,06376	0,740	0,400
Cuadrado	3	0,21783	0,07261	0,840	0,486
Relación solvente: muestra*Relación solvente: muestra	1	0,05493	0,05493	0,640	0,434
Amplitud*Amplitud	1	0,1248	0,1248	1,450	0,243
Tiempo*Tiempo	1	0,03241	0,03241	0,380	0,546
Interacción de 2 factores	3	0,06937	0,02312	0,270	0,847
Relación solvente: muestra*Amplitud	1	0,03511	0,03511	0,410	0,53
Relación solvente: muestra*Tiempo	1	0,02645	0,02645	0,310	0,585
Amplitud*Tiempo	1	0,00781	0,00781	0,09	0,766
Error	20	1,72129	0,08606		
Falta de ajuste	3	0,21949	0,07316	0,83	0,496

Error puro	17	1,5018	0,08834		
Total	29	5,9974			

La ecuación de regresión lineal adaptada a los términos significativos es:

$$\% \text{Rendimiento} = 11,088 + 0,2266 \text{Relación solvente: muestra} + 0,0400$$

Ecuación 7. Ecuación de regresión lineal en unidades no codificadas para la extracción de aceite de chontaduro

11.4.3 Gráficas factoriales

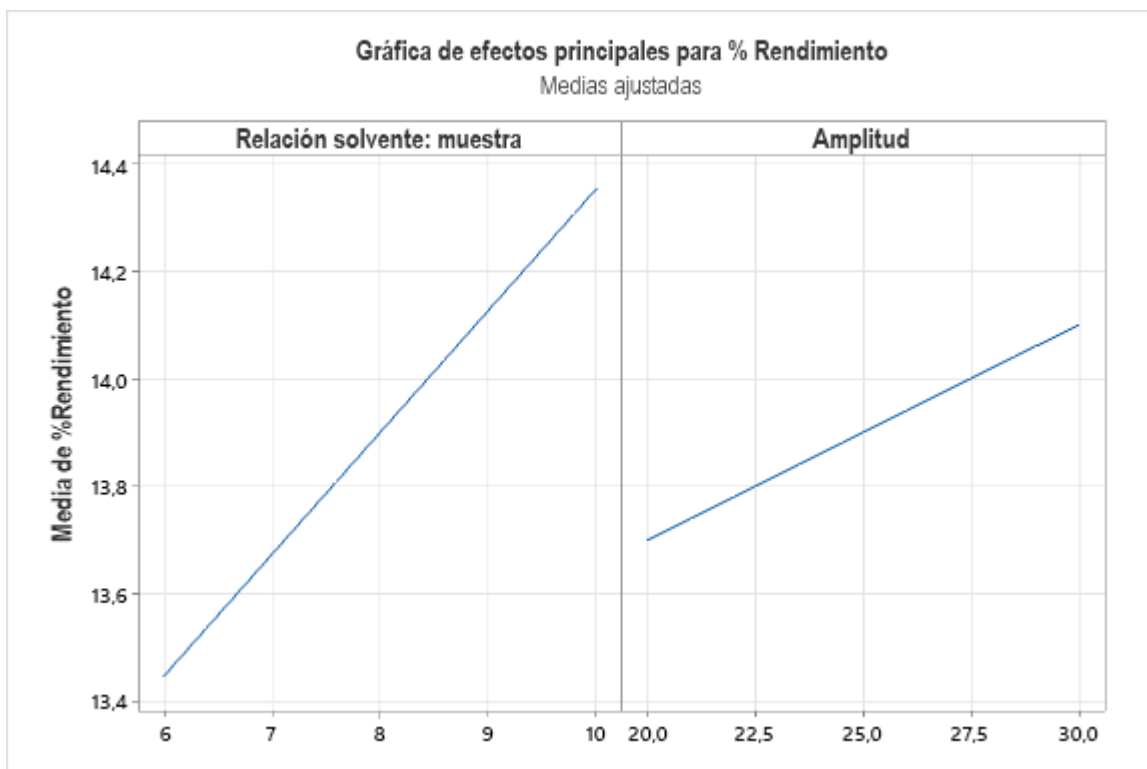


Figura 26. Gráfica de efectos principales para el rendimiento de extracción de aceite.

11.5 PERFIL DE ÁCIDOS GRASOS Y TRIGLICÉRIDOS EN ACEITE DE CHONTADURO

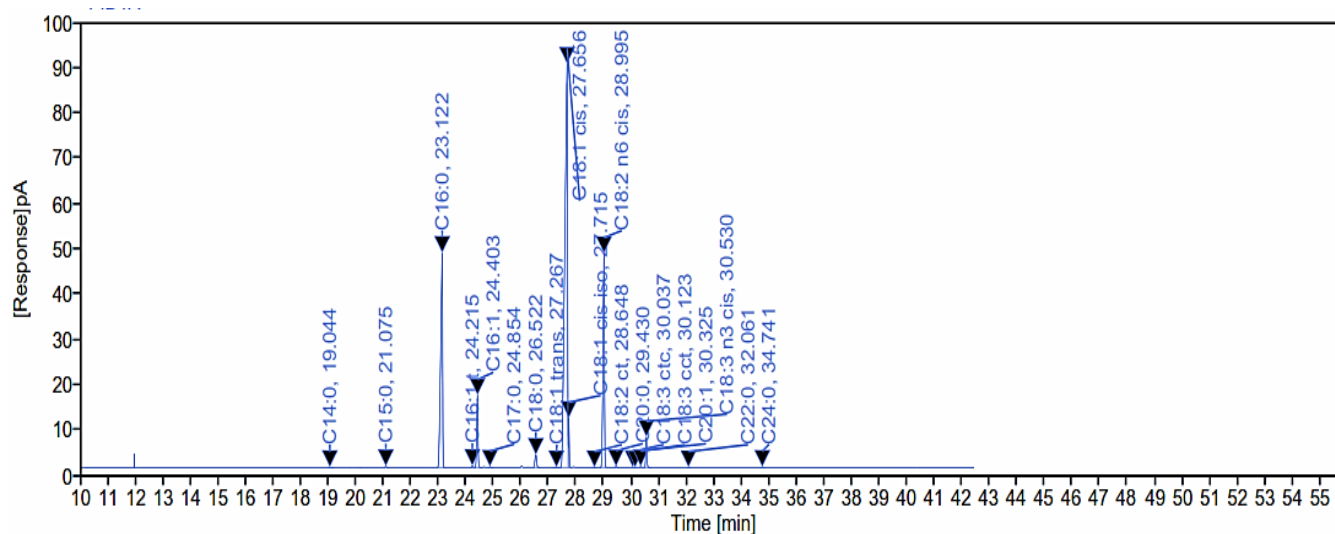


Figura 27. Cromatograma de la identificación de ácidos grasos en la muestra de aceite de chontaduro.

Tabla 18. Resultados perfil de ácidos grasos en el aceite de chontaduro extraído.

Tiempo de retención (min)	Ancho (min)	Área	Altura	Concentración (% Área)	Nombre
19,044	0,24	3,36	0,86	0,044	C14:0
21,075	0,20	8,13	2,12	0,108	C15:0
23,122	0,31	1539,92	318,29	20,401	C16:0
24,215	0,15	8,27	2,54	0,110	C16:1t
24,403	0,27	337,48	107,53	4,471	C16:1
24,854	0,20	4,76	1,29	0,063	C17:0
26,522	0,24	80,66	18,81	1,069	C18:0
27,267	0,27	1,40	0,22	0,019	C18:1t
27,656	0,29	4099,69	598,63	54,314	C18:1 c
27,215	0,14	147,97	73,40	1,960	C18:1 cis iso
28,648	0,15	0,79	0,21	0,010	C18:2 ct
28,995	0,26	1168,48	317,73	15,480	C18:2 n6 cis
29,430	0,17	5,71	1,75	0,076	C20:0
30,037	0,12	1,63	0,50	0,022	C18:3 ctc
30,123	0,10	0,25	0,09	0,003	C18:3 cct

30,325	0,16	4,99	1,58	0,066	C20:1
30,530	0,25	130,71	45,43	1,732	C18:3 n3 cis
32,061	0,16	1,03	0,37	0,014	C22:0
34,741	0,19	2,92	0,97	0,039	C24:0
Suma		7548,17			

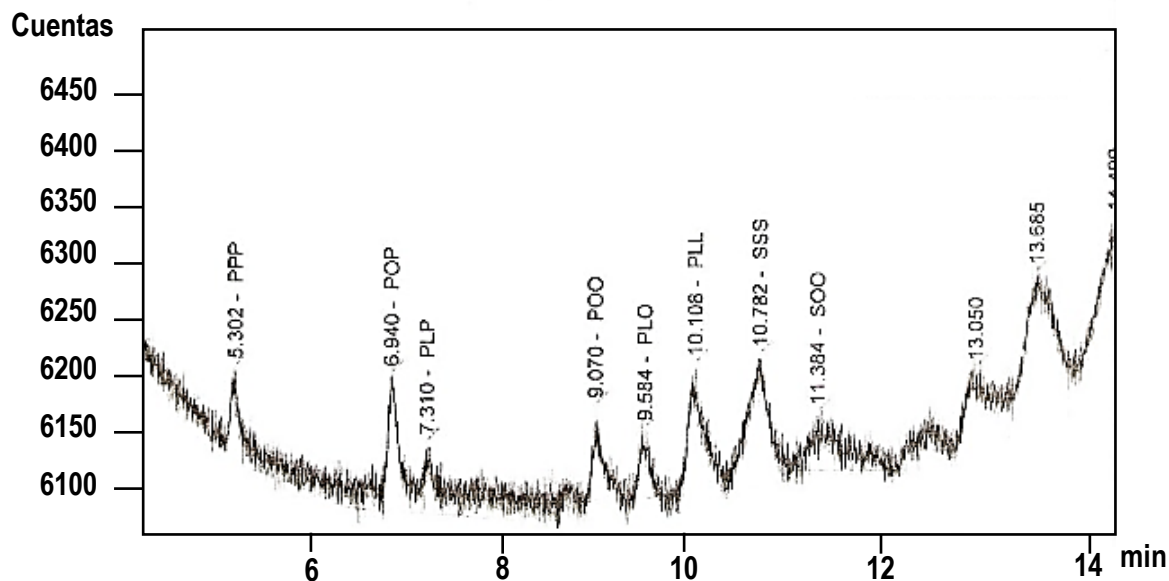


Figura 28. Cromatograma de la identificación de triglicéridos en la muestra de aceite de chontaduro.

11.6 MECANISMO DE OXIDACIÓN LIPÍDICA

La oxidación de lípidos es una reacción de cadena de radicales libres que conduce al desarrollo de sabores y olores desagradables, pérdida de nutrientes y formación de compuestos tóxicos. En consecuencia, la vida útil y el uso final de cualquier lípido dependen de su resistencia a la oxidación o su estabilidad oxidativa.

El término oxidación de lípidos generalmente se refiere a tres etapas de reacciones consecutivas, conocidas como iniciación, propagación y terminación. En la iniciación se forman los radicales a través de termólisis, donde el calor induce la ruptura de los enlaces covalentes o bien por la presencia de luz, enzimas, iones y especies reactivas de oxígeno.

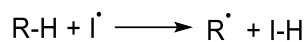
Los ácidos grasos insaturados son compuestos que se homolizan a temperaturas más bajas en comparación con los ácidos grasos saturados. Los productos homolíticos de los ácidos grasos insaturados son radicales hidroxilo (HO^*), radical alquilo (RO^*) y radical hidroxiperoxilo (HOO^*).

Entre los iniciadores, los radicales hidroxilos son los principales responsables del inicio de la oxidación lipídica debido a su fuerte tendencia a adquirir electrones, los cuales se unen a moléculas de hidrógeno de la estructura lipídica para formar hidroperóxidos. Esta formación de hidroperóxidos puede repetirse varias veces propagando las reacciones de oxidación y posteriormente degradándose a otros productos de oxidación primaria. Luego, dichos productos se homolizan para formar productos similares a dímeros estables, dando lugar a productos de terminación⁴⁶.

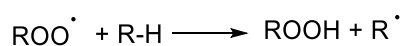
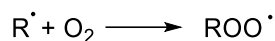
a) Formación de radicales



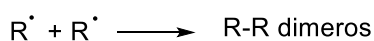
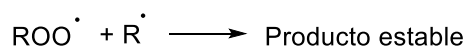
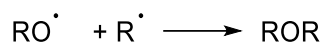
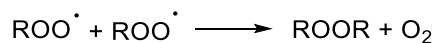
b) Iniciación



c) Propagación



d) Terminación



11.7 REGRESIÓN LINEAL PARA CURVAS DE CALIBRACIÓN

Tabla 19. Regresión lineal para la curva de calibración empleada para cuantificación por uHPLC.

X_i	X_i^2	$(X_i - X_{\text{prom}})^2$	Y_i	Y_{curv}	$(Y_i - Y_{\text{curv}})^2$
0,05	0,0026	0,2106	118710	113251,8591	29791302,59
0,10	0,0103	0,1666	283562	293353,9364	95882019,18
0,15	0,0231	0,1279	452806	473273,4026	418914569,4
0,25	0,0641	0,0658	834047	832565,6111	2194513,077
0,51	0,2552	0,0000	1752091	1727619,7988	598839687,5

0,76	0,5713	0,0606	2623399	2618163,8053	27407263,48
1,01	1,0106	0,2456	3523815	3504231,6351	383508179,6
1,25	1,5711	0,5532	4359887	4385856,9519	674438399,8
PromXi	SumXi^2	Sum(Xi-Xprom)^2	Yiprom		Sum(Yi-Yiprom)^2
0,51	3,5083	1,4303	1743539,63		2230975935

			%p/p
sy	19282,8764	LOD	0,0090
sm	16123,3875		
sb	10677,2463	LOQ	0,0301
t (n-2)0,95	2,45		

Tabla 20. Regresión lineal para la curva de calibración empleada para cuantificación por GC.

Xi	Xi^2	(Xi-Xprom)^2	Yi	Yicurv	(Yi-Yicurv)^2
0,006	0,00004	0,086197019	5347305,4340	9675849,0449	1,87363E+13
0,013	0,00016	0,082511282	6681889,2900	12030721,1004	2,861E+13
0,019	0,00036	0,078906528	8337556,1720	14385294,2982	3,65751E+13
0,032	0,00101	0,071939848	21179210,9408	19093544,3485	4,35001E+12
0,063	0,00402	0,055938212	38887236,1974	30858943,4455	6,44535E+13
0,505	0,25520	0,042120801	214548780,9766	194794438,0826	3,90234E+14
0,756	0,57131	0,207854767	272292855,4625	287822807,3810	2,41179E+14
1,005	1,01056	0,497488042	381770347,7243	380383584,4965	1,92311E+12
PromXi	SumXi^2	Sum(Xi-Xprom)^2	Yiprom		Sum(Yi-Yiprom)^2
0,300	1,84267	1,122956498	118630647,7747		7,86061E+14

			%p/p
sy	11445970,9041	LOD	0,0419
sm	10801179,1956		
sb	5183815,873	LOQ	0,1397
t (n-2)0,95	2,45		

11.8 DATOS EXPERIMENTALES DE LAS REACCIONES DE ESTERIFICACIÓN

Tabla 21. Datos experimentales de las reacciones de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol.

Orden de corrida	Masa de aceite (g)	Masa de isopropanol (g)	Masa de catalizador (g)	Amplitud (%)	Tiempo de pulso(s)	Energía (J)
1	8,57	217,08	1,82	40	20	40769
2	8,34	324,67	1,90	30	30	33641
3	8,07	325,45	1,83	50	30	50995
4	8,48	271,46	1,87	30	20	33568
5	8,27	217,33	1,85	30	30	32420
6	8,10	271,85	1,83	40	30	41634
7	8,14	271,04	1,85	40	30	40835
8	8,08	271,62	1,85	40	30	42405
9	8,05	271,48	1,90	50	40	50224
10	8,50	326,38	1,84	40	40	42985
11	8,18	271,38	1,85	40	30	41528
12	8,11	271,53	1,82	50	20	50230
13	8,60	325,99	1,82	40	20	43501
14	8,19	324,38	1,87	40	40	43670
15	8,15	271,08	1,93	40	30	41661
16	8,08	325,28	1,86	30	30	33921
17	8,03	217,29	1,84	40	20	42025
18	8,14	217,20	1,90	40	40	41863
19	8,15	216,93	1,86	30	30	30500
20	8,25	324,15	1,86	40	20	44259
21	8,10	269,91	1,86	30	40	30921
22	8,25	216,48	1,87	50	30	48261
23	8,25	216,72	1,87	40	40	39586
24	8,02	270,02	1,84	50	40	49770

25	8,22	213,14	1,85	50	30	48707
26	8,02	269,84	1,90	50	20	48487
27	8,35	329,15	1,90	50	30	52476
28	8,08	272,22	1,84	40	30	41132
29	8,28	270,75	1,84	30	40	32006
30	8,18	270,29	1,90	30	20	32435

11.9 ESTADÍSTICA PARA LA ESTERIFICACIÓN DE ACEITE DE CHONTADURO CON ISOPROPANOL

Con respecto a la concentración de palmitato de isopropilo, se obtuvieron los siguientes resultados:

11.9.1 Coeficientes codificados

Tabla 22. Coeficientes codificados para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por uHPLC.

Término	Coeficiente	Error estándar del coeficiente	Valor T	Valor p
Constante	12,7	10,2	1,25	0,226
Amplitud	16,32	6,24	2,62	0,017
Tiempo	5,92	6,24	0,95	0,354
Cantidad de isopropanol	-8,3	6,24	-1,33	0,198
Amplitud*Amplitud	11,08	9,18	1,21	0,242
Tiempo*Tiempo	22,76	9,18	2,48	0,022
Cantidad de isopropanol*Cantidad de isopropanol	43,12	9,18	4,7	0,000
Amplitud*Tiempo	-21,17	8,82	-2,4	0,026
Amplitud*Cantidad de isopropanol	-24,23	8,82	-2,75	0,012
Tiempo*Cantidad de isopropanol	8,01	8,82	0,91	0,374

Tabla 23. Coeficientes codificados para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por GC.

Término	Coeficiente	Error estándar de coeficiente	Valor T	Valor p
Constante	17,91	9,05	1,98	0,062
Amplitud	15,13	5,54	2,73	0,013
Tiempo	8,74	5,54	1,58	0,13
Cantidad de isopropanol	-11,52	5,54	-2,08	0,051
Amplitud*Amplitud	9,36	8,16	1,15	0,265
Tiempo*Tiempo	23,85	8,16	2,92	0,008
Cantidad de isopropanol *Cantidad de isopropanol	21,62	8,16	2,65	0,015
Amplitud*Tiempo	-21,82	7,84	-2,78	0,011
Amplitud*Cantidad de isopropanol	-11,59	7,84	-1,48	0,155
Tiempo*Cantidad de isopropanol	2,85	7,84	0,36	0,72

11.9.2 Análisis de varianza

Tabla 24. Análisis de varianza para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por uHPLC.

Fuente	Grados de libertad	Suma de Cuadrados Ajustadas	Cuadrados medios Ajustados	Valor F	Valor p
Modelo	9	31559,2	3506,6	5,63	0,001
Lineal	3	5923	1974,3	3,17	0,047
Amplitud	1	4260	4260	6,84	0,017
Tiempo	1	560,6	560,6	0,9	0,354
Cantidad de isopropanol	1	1102,4	1102,4	1,77	0,198
Cuadrado	3	16839,9	5613,3	9,02	0,001
Amplitud*Amplitud	1	906,1	906,1	1,46	0,242
Tiempo*Tiempo	1	3825,6	3825,6	6,14	0,022
Cantidad de isopropanol *Cantidad de isopropanol	1	13728,3	13728,3	22,05	0
Interacción de 2 factores	3	8796,2	2932,1	4,71	0,012
Amplitud*Tiempo	1	3585,9	3585,9	5,76	0,026

Amplitud*Cantidad de isopropanol	1	4696,6	4696,6	7,54	0,012
Tiempo*Cantidad de isopropanol	1	513,8	513,8	0,83	0,374
Error	20	12453,2	622,7		
Falta de ajuste	3	10936,6	3645,5	40,86	0,000
Error puro	17	1516,6	89,2		
Total	29	44012,4			

Tabla 25. Análisis de varianza para el diseño experimental de esterificación de aceite de chontaduro con isopropanol, determinado por GC.

Fuente	Grados de libertad	Suma de Cuadrados Ajustadas	Cuadrados medios Ajustados	Valor F	Valor p
Modelo	9	19347,1	2149,67	4,37	0,003
Lineal	3	7010,8	2336,93	4,75	0,012
Amplitud	1	3664,3	3664,26	7,45	0,013
Tiempo	1	1223,1	1223,05	2,49	0,13
Cantidad de isopropanol	1	2123,5	2123,48	4,32	0,051
Cuadrado	3	7387,9	2462,62	5,01	0,009
Amplitud*Amplitud	1	646,8	646,79	1,32	0,265
Tiempo*Tiempo	1	4199,7	4199,74	8,54	0,008
Cantidad de isopropanol *Cantidad de isopropanol	1	3453,1	3453,12	7,02	0,015
Interacción de 2 factores	3	4948,4	1649,46	3,36	0,039
Amplitud*Tiempo	1	3808,8	3808,77	7,75	0,011
Amplitud*Cantidad de isopropanol	1	1074,8	1074,76	2,19	0,155
Tiempo*Cantidad de isopropanol	1	64,9	64,86	0,13	0,72
Error	20	9832	491,6		
Falta de ajuste	3	8192,5	2730,82	28,31	0
Error puro	17	1639,6	96,44		
Total	29	29179,1			

11.9.3 Gráficas de contorno

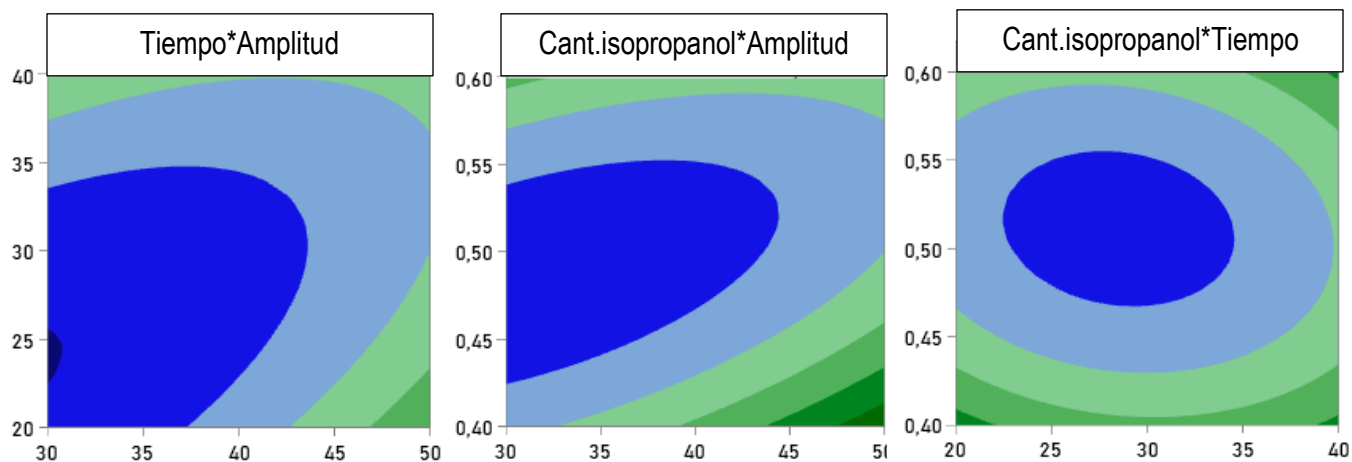


Figura 29. Gráficas de contorno para el rendimiento de reacción determinado por uHPLC.

Para la explicación de la Figura anterior, se hace una representación con colores, que indican los porcentajes de rendimiento obtenidos de acuerdo al color, como se muestra a continuación:

% Rendimiento

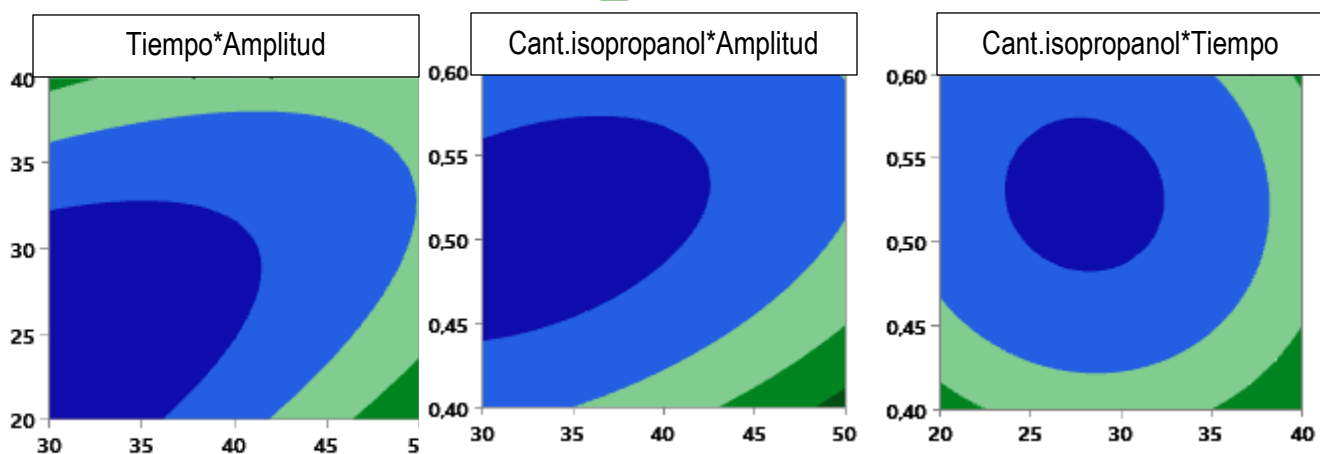
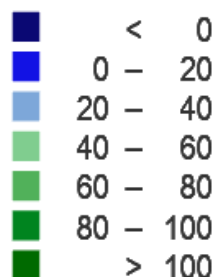
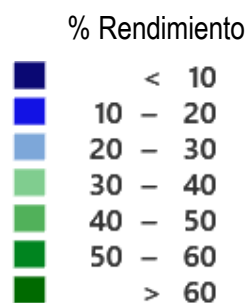


Figura 30. Gráficas de contorno para el rendimiento de reacción determinado por GC.

Para la explicación de la Figura anterior, se hace una representación con colores, que indican los porcentajes de rendimiento obtenidos de acuerdo al color, como se muestra a continuación:



11.9.4 Gráficas de factoriales

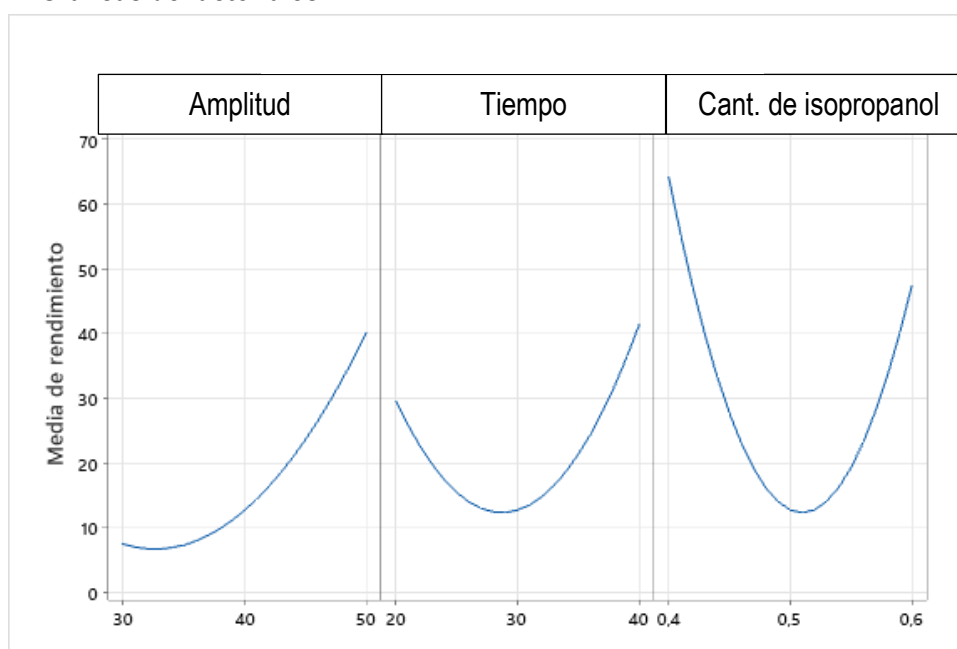


Figura 31. Gráfica de factoriales para la determinación de rendimiento de la reacción por uHPLC.

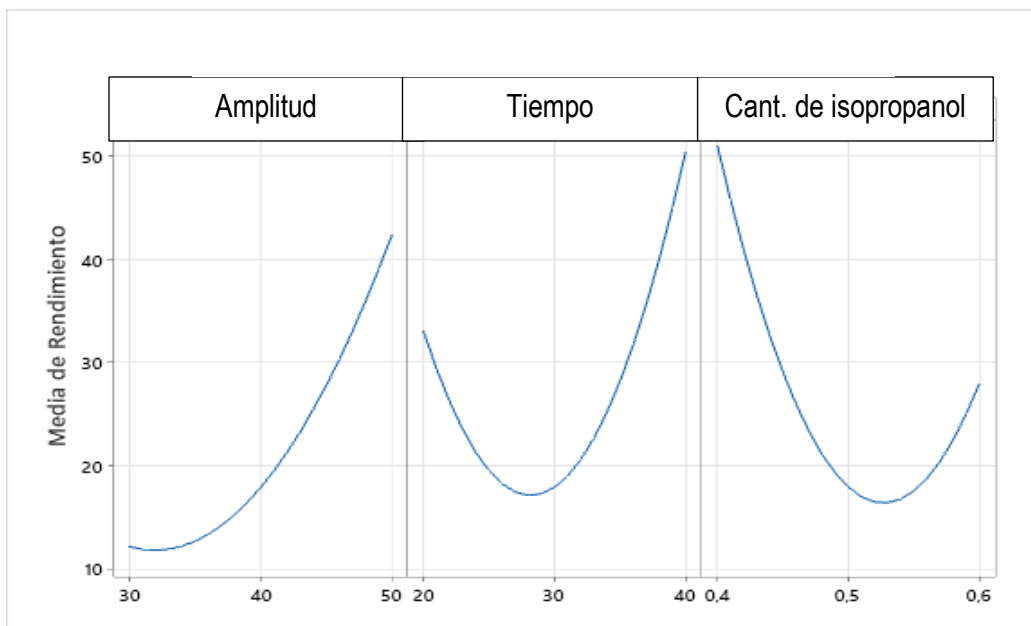


Figura 32. Gráfica de factoriales para la determinación de rendimiento de la reacción por GC.

11.9.5 Gráficas de superficie de respuesta

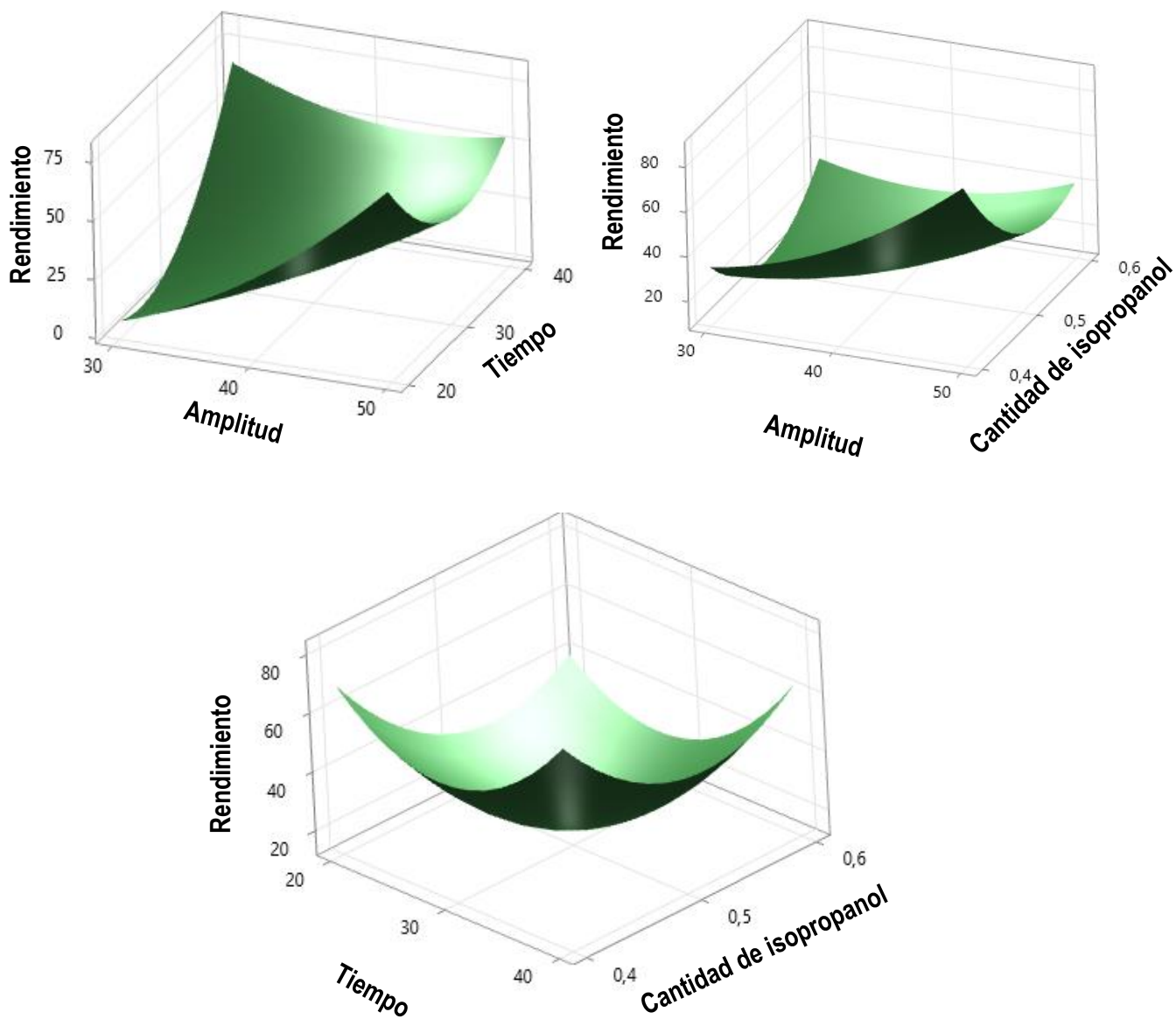
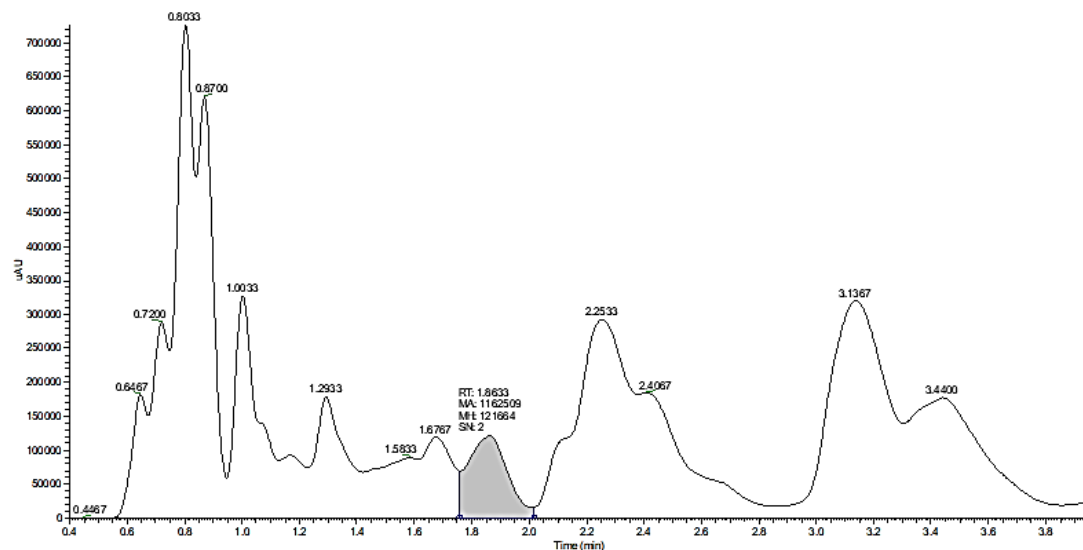


Figura 33. Gráficas de superficie de rendimiento de reacción para la determinación por GC.

11.10 CROMATOGRAMAS DE MUESTRAS ANALIZADAS POR CROMATOGRAFÍA LÍQUIDA DE ULTRA ALTO RENDIMIENTO (uHPLC)

Muestra 1

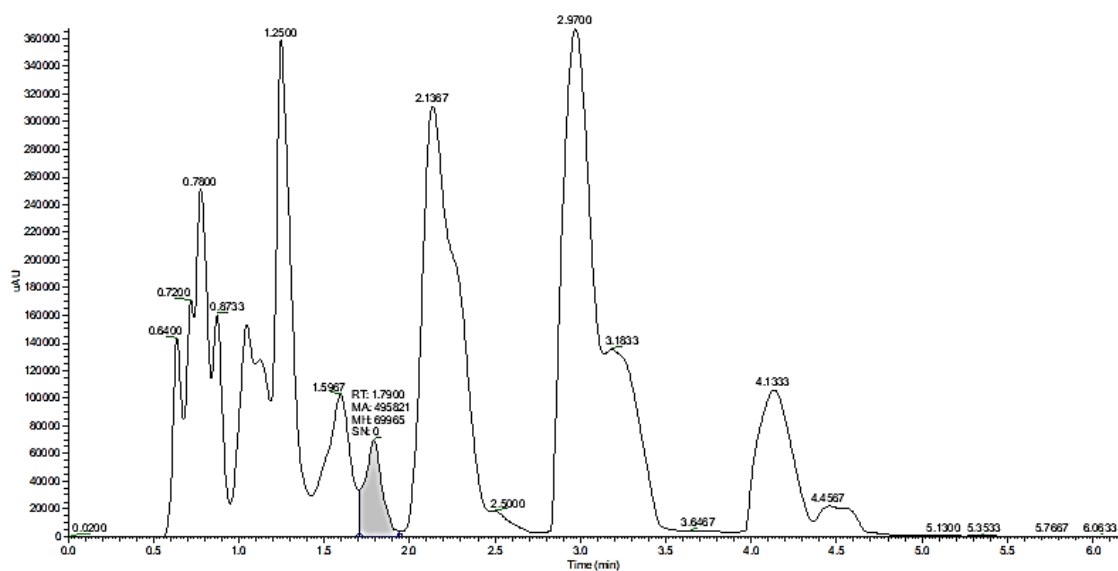
RT: 0.3962 - 3.9553



NL:
7.27 E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R1

Muestra 2

RT: 0.0000 - 6.1592

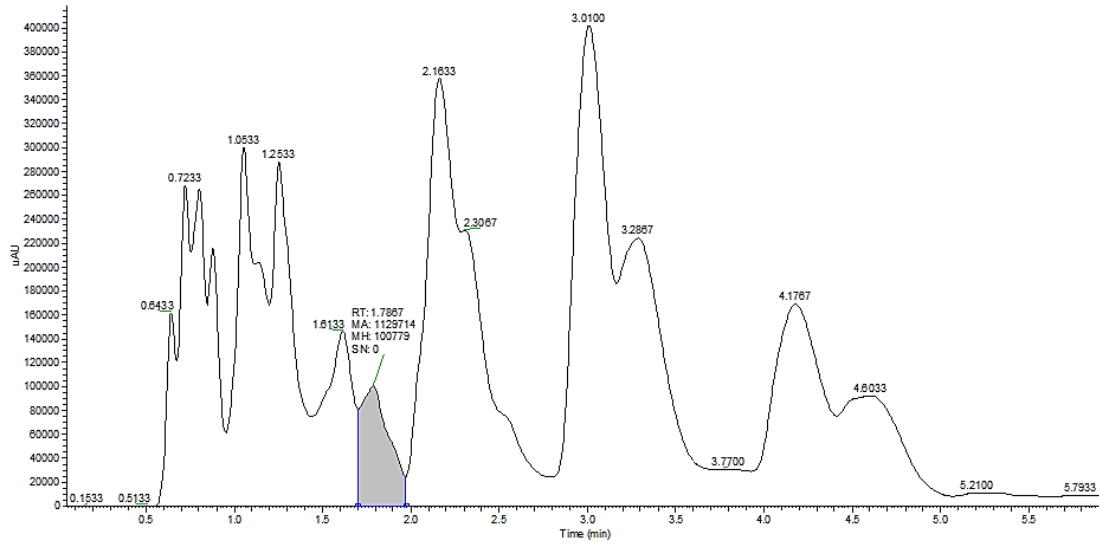


NL:
3.67 E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA PC

Muestra 3

RT: 0.0511 - 5.9297

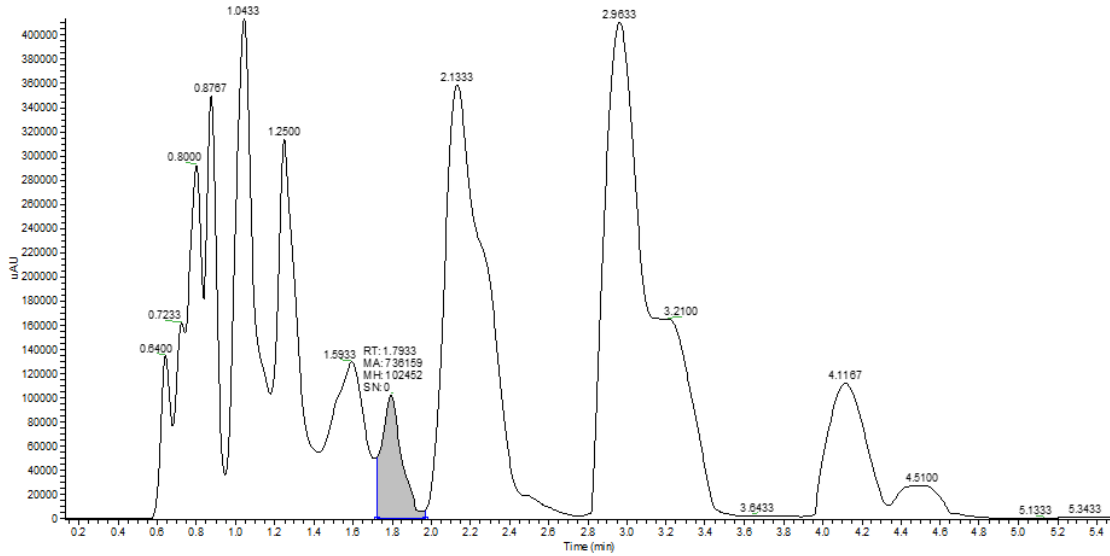
NL:
4.02E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R3



Muestra 4

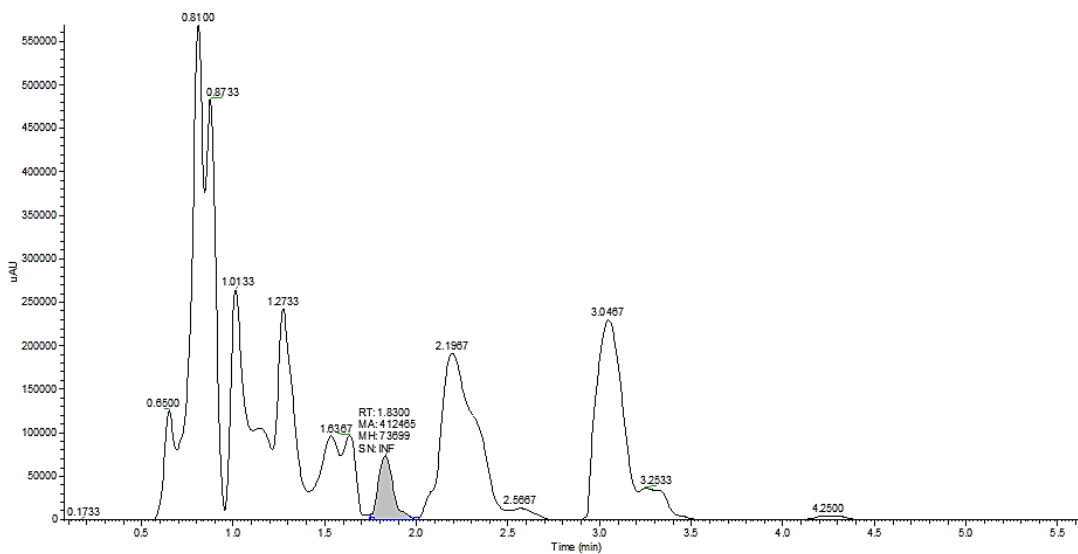
RT: 0.1278 - 5.4952

NL:
4.14E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R4



Muestra 5

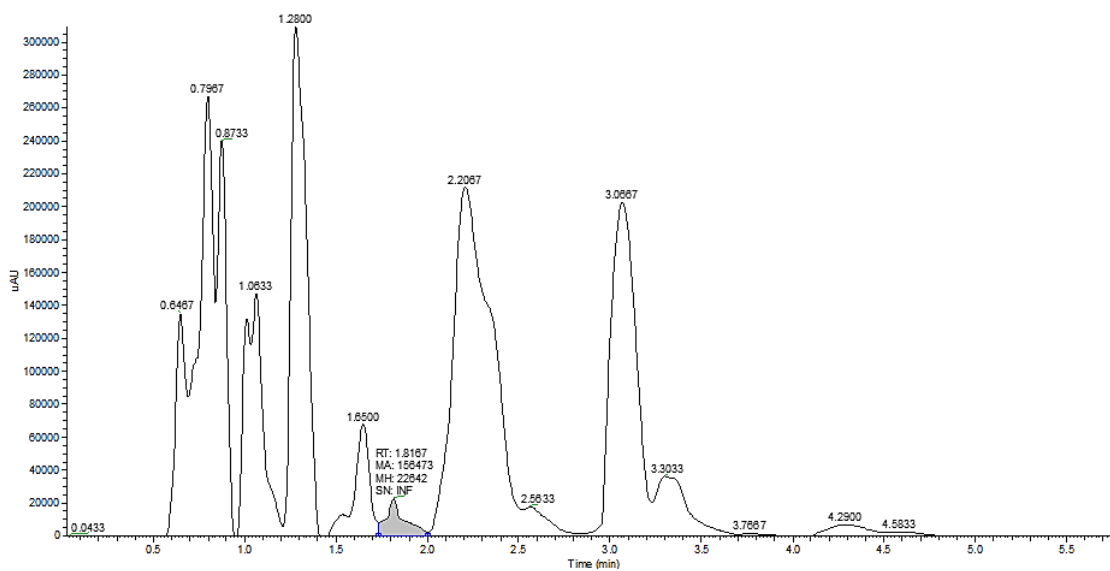
RT: 0.0767 - 5.6741



NL:
5.69E5
Spectrum
Maximum
nm:200.0-
220.0
FDA R5

Muestra 6

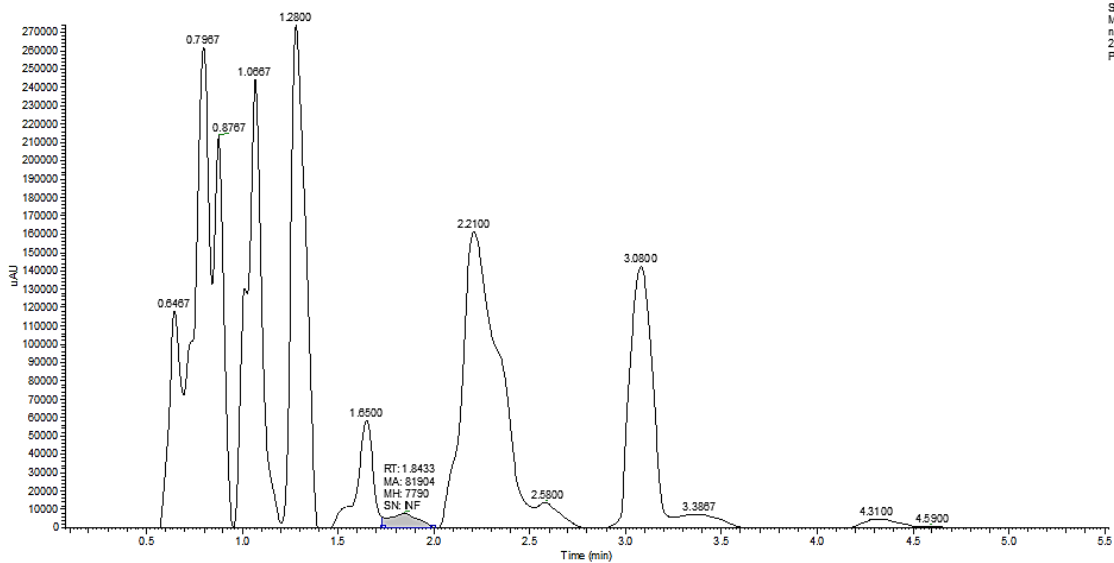
RT: 0.0256 - 5.8019



NL:
3.09E5
Spectrum
Maximum
nm:200.0-
220.0
FDA R5

Muestra 7

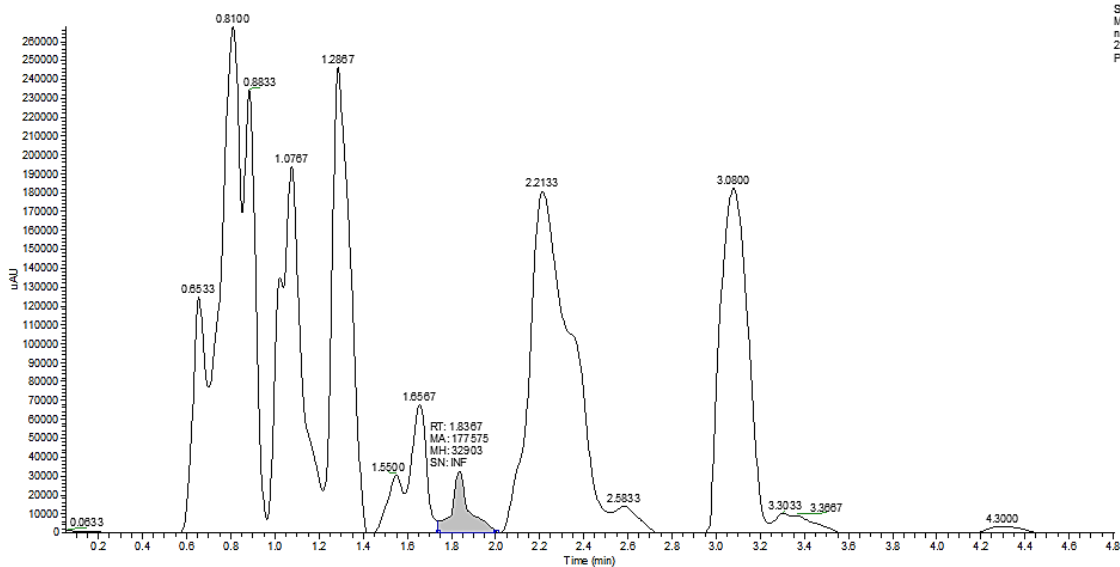
RT: 0.0767 - 5.5208



NL:
2.74E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R7

Muestra 8

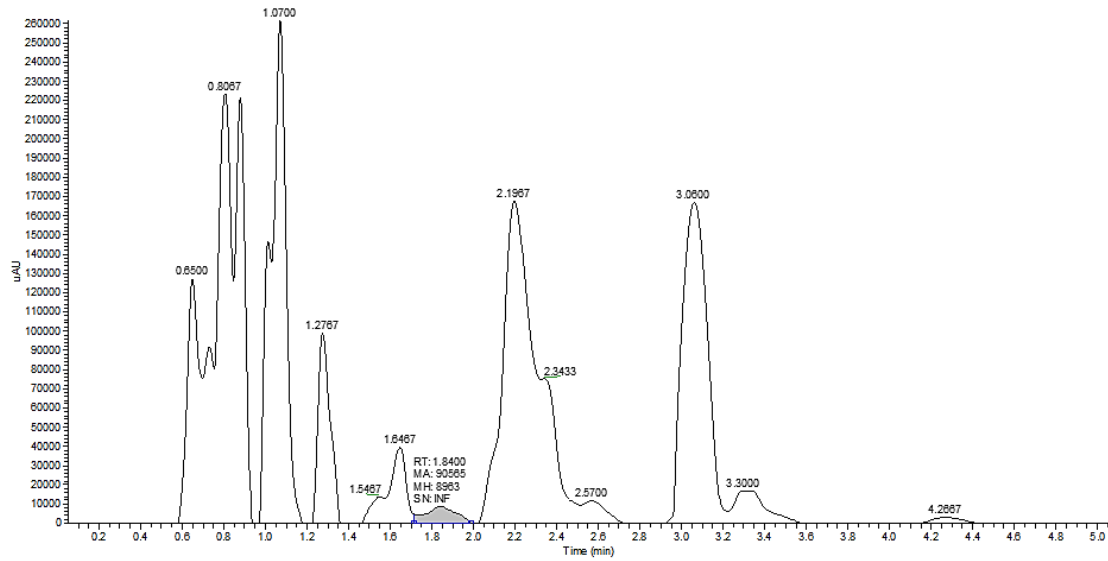
RT: 0.0511 - 4.8051



NL:
2.68E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R8

Muestra 9

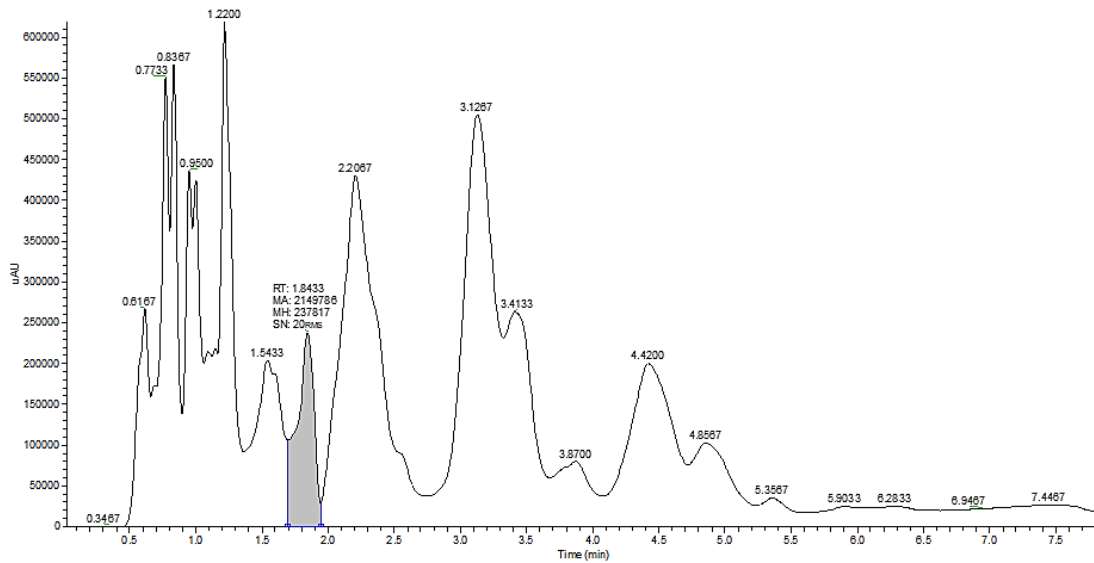
RT: 0.0511 - 5.0607



NL:
2.62E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0
FDA
PDA R9

Muestra 10

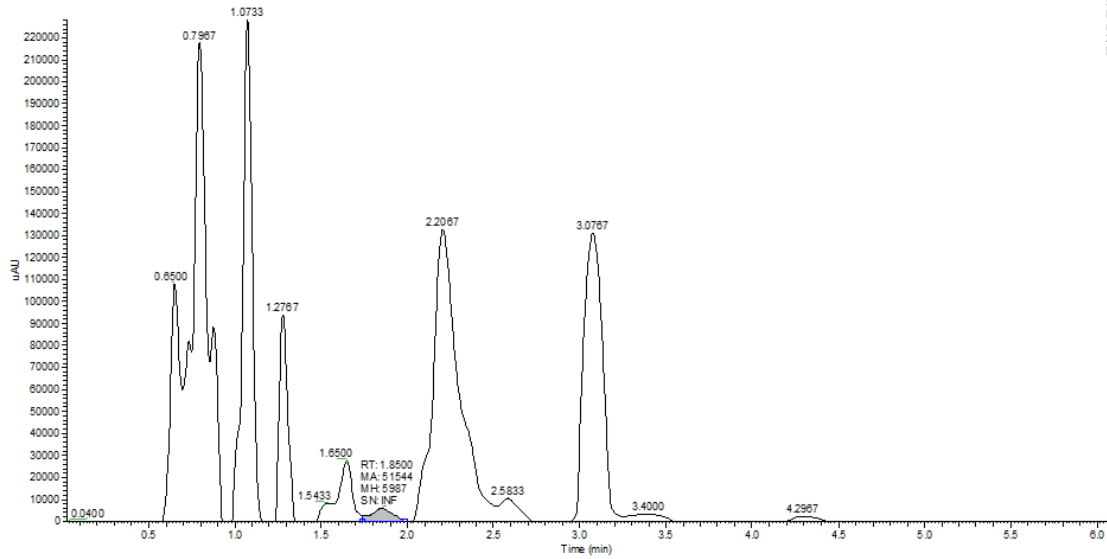
RT: 0.0259 - 7.8402



NL:
6.18E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0
FDA
R10_2022092
7124304

Muestra 11

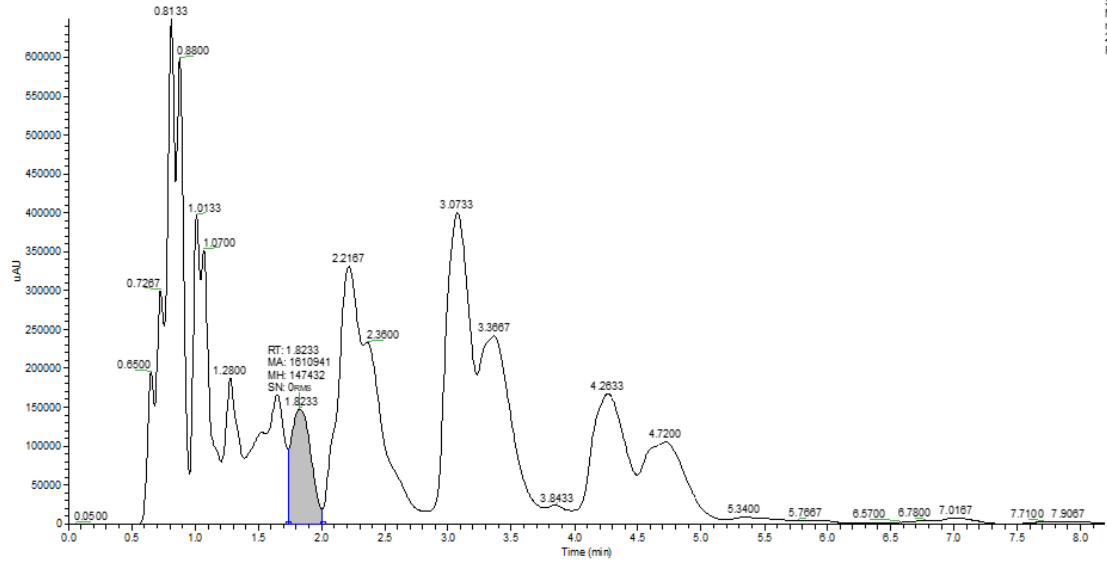
RT: 0.0256 - 6.0575



NL:
2.28E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0
PDA R11

Muestra 12

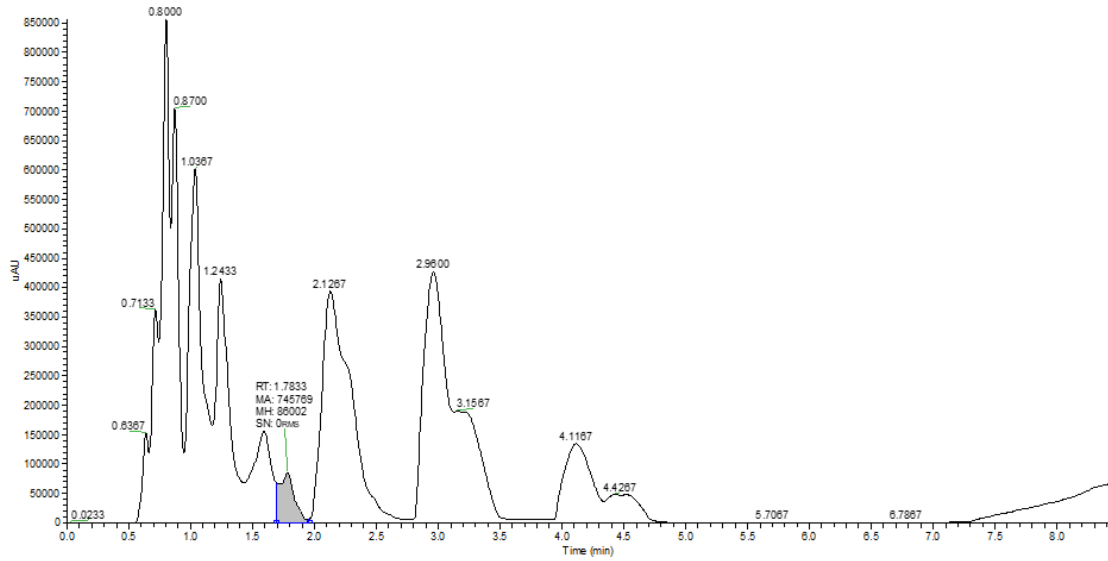
RT: 0.0000 - 8.1969



NL:
6.49E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0 PDA
R12

Muestra 13

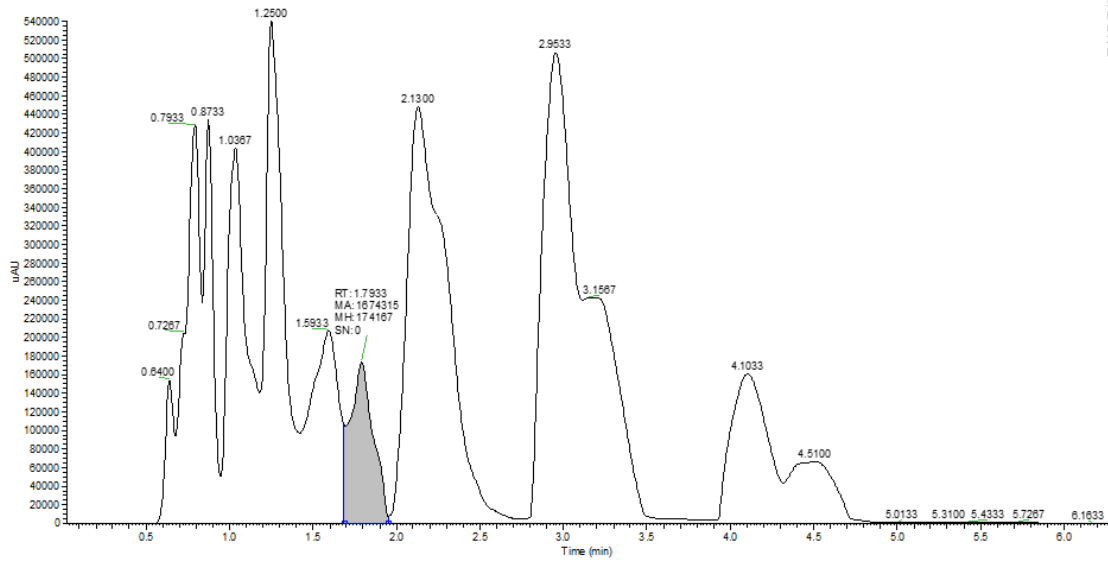
RT: 0.0000 - 8.4300



NL:
8.58E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R13

Muestra 14

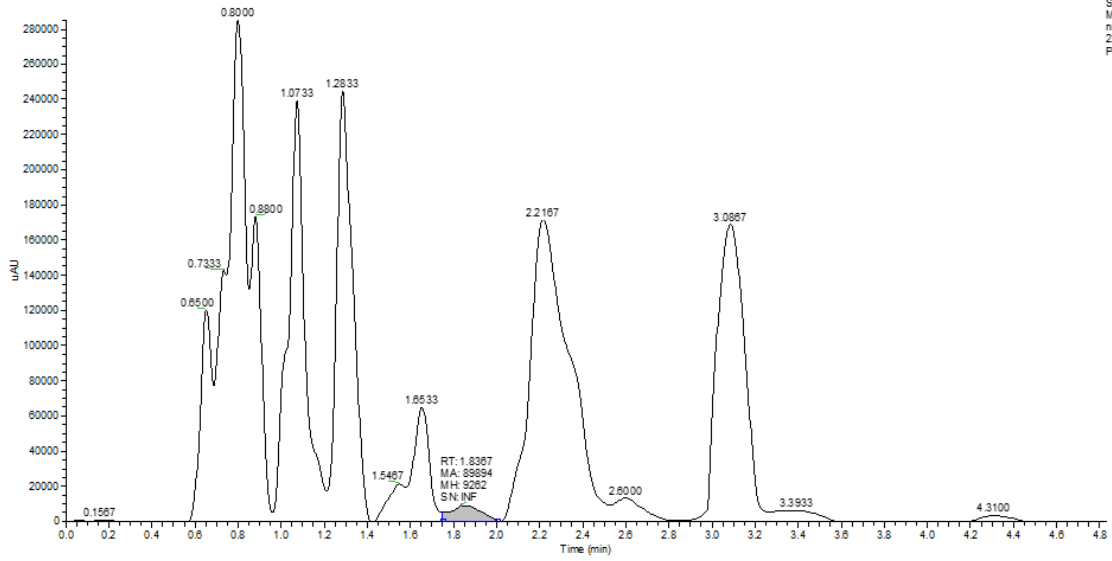
RT: 0.0256 - 6.2820



NL:
5.41E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R14

Muestra 15

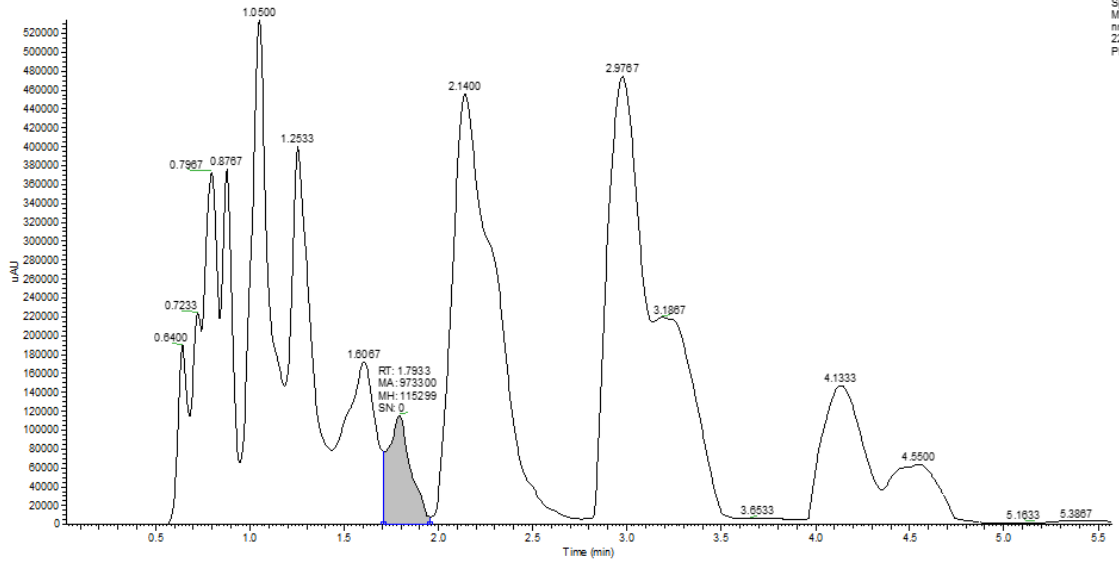
RT: 0.0000 - 4.8307



NL:
2.85E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R16

Muestra 16

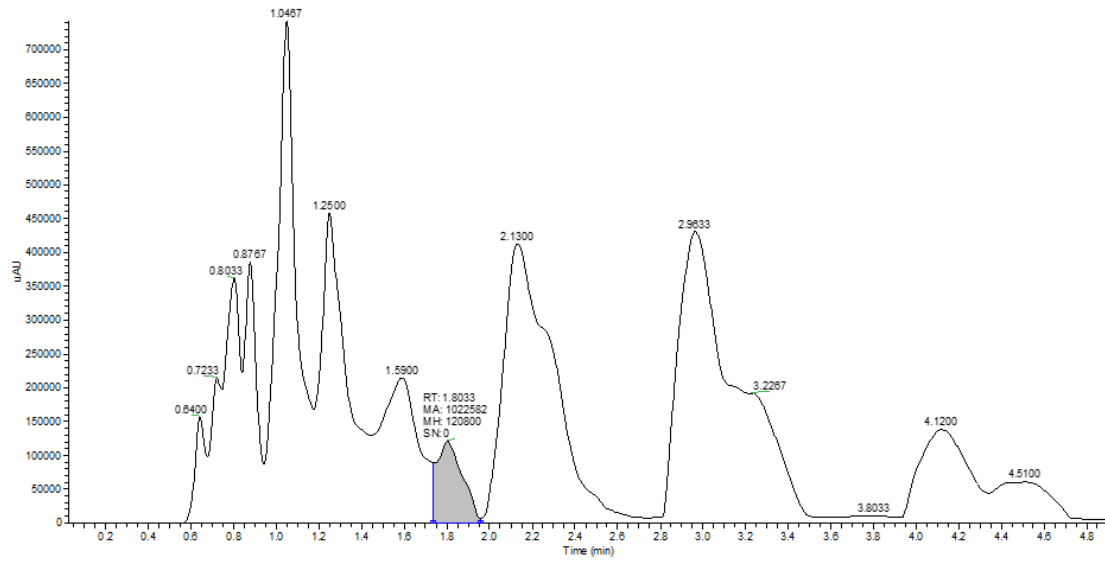
RT: 0.0258 - 5.5714



NL:
5.34E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R16

Muestra 17

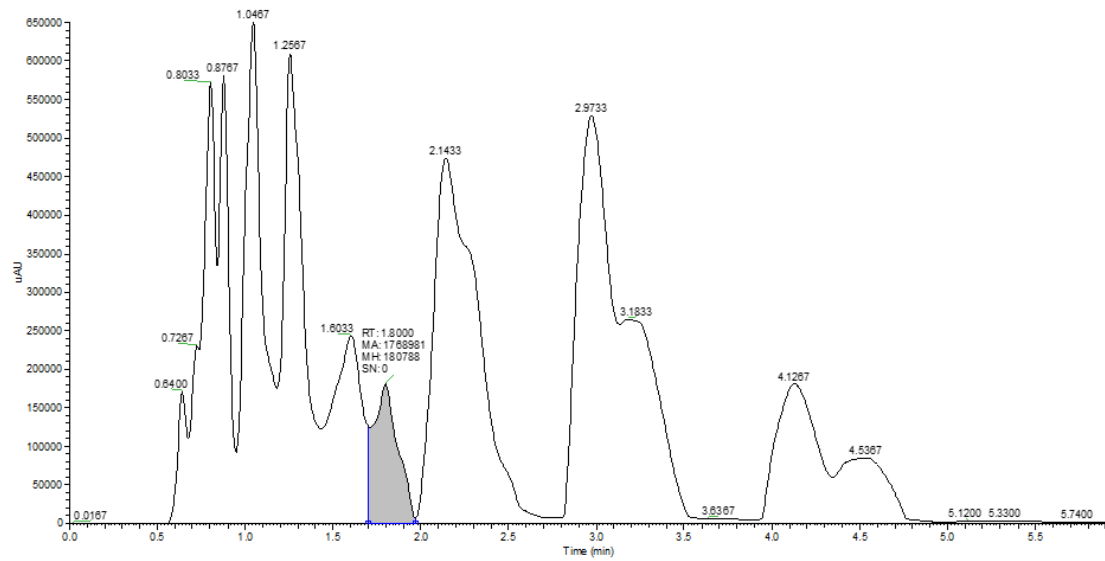
RT: 0.0256 - 4.8073



NL: 7.42E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R17

Muestra 18

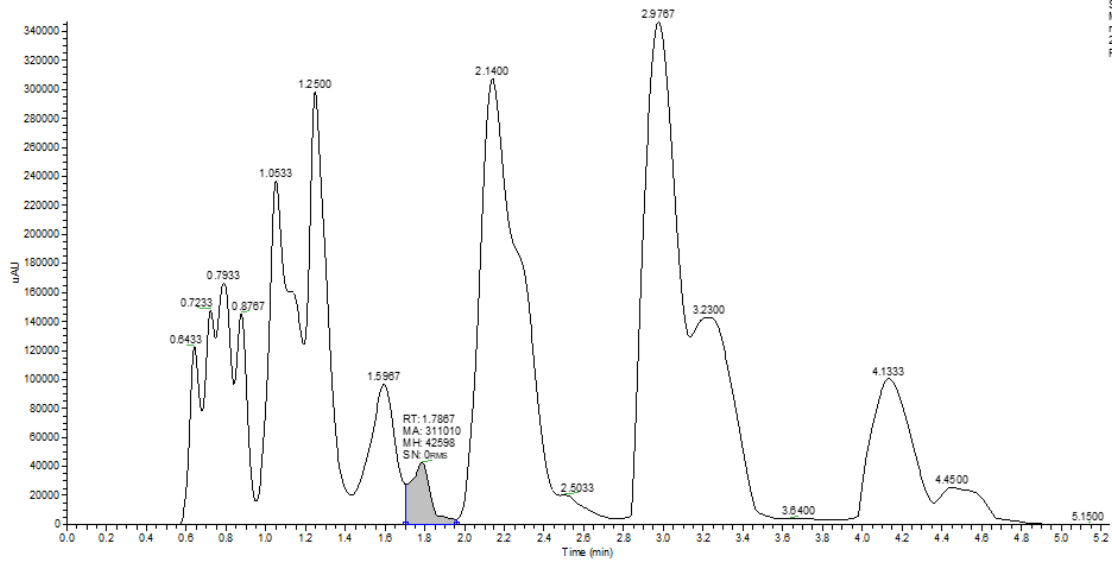
RT: 0.0000 - 5.9170



NL: 6.50E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R18

Muestra 19

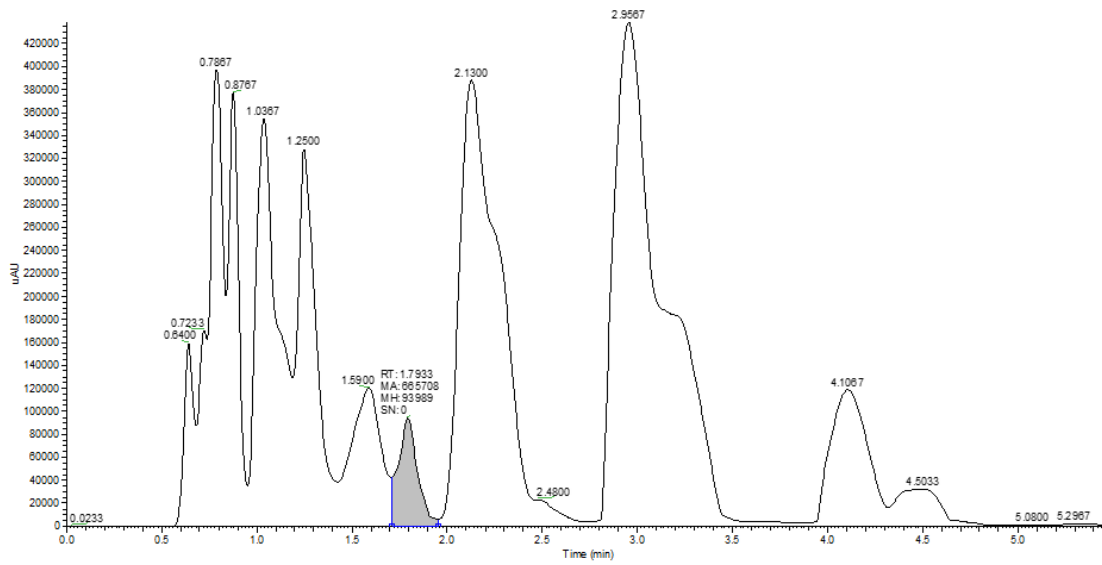
RT: 0.0000 - 5.2396



NL:
3.46E5
Spectrum
Maximum
nme200.0-
220.0
FDA R19

Muestra 20

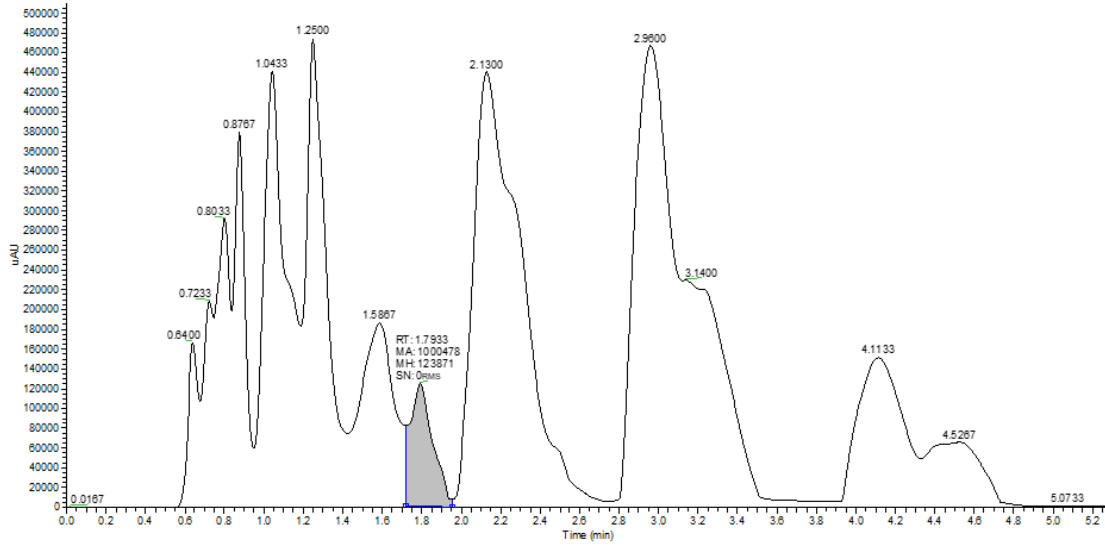
RT: 0.0000 - 5.4900



NL:
4.36E5
Spectrum
Maximum
nme200.0-
220.0
FDA R20

Muestra 21

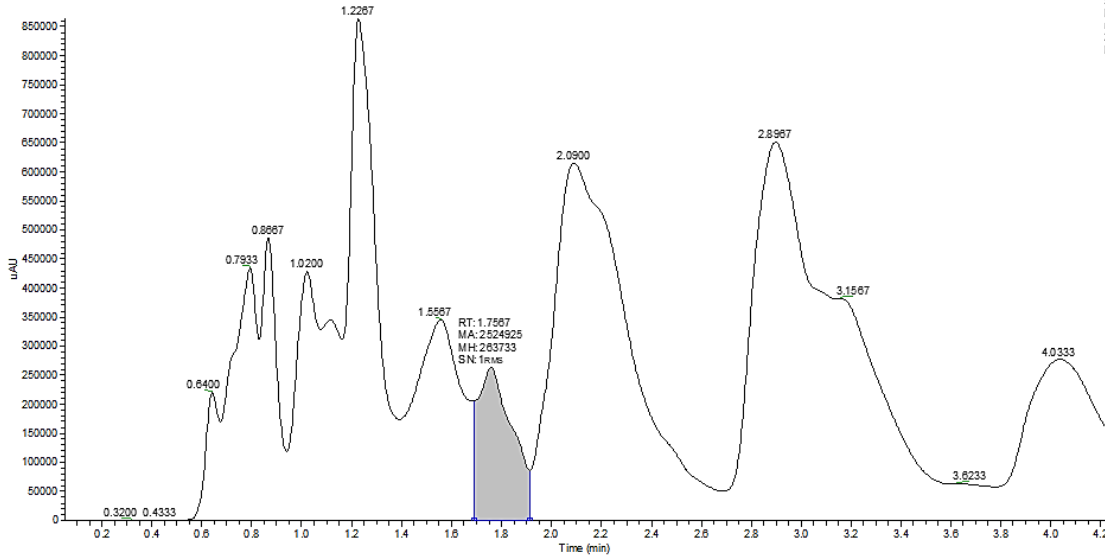
RT: 0.0000 - 5.2907



NL: 4.74E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R21

Muestra 22

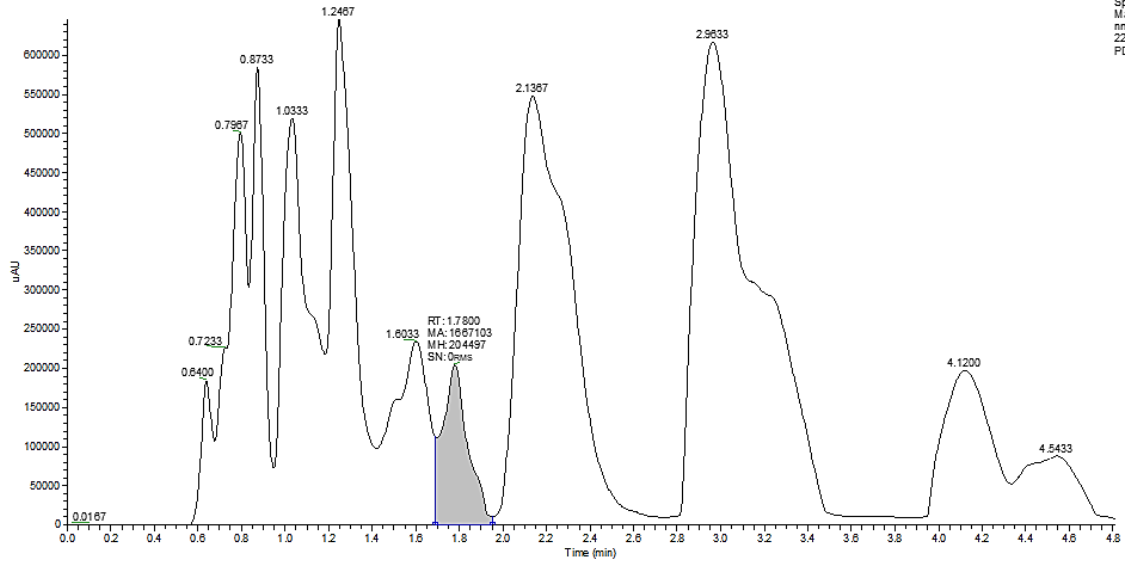
RT: 0.0511 - 4.2189



NL: 8.64E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R22

Muestra 23

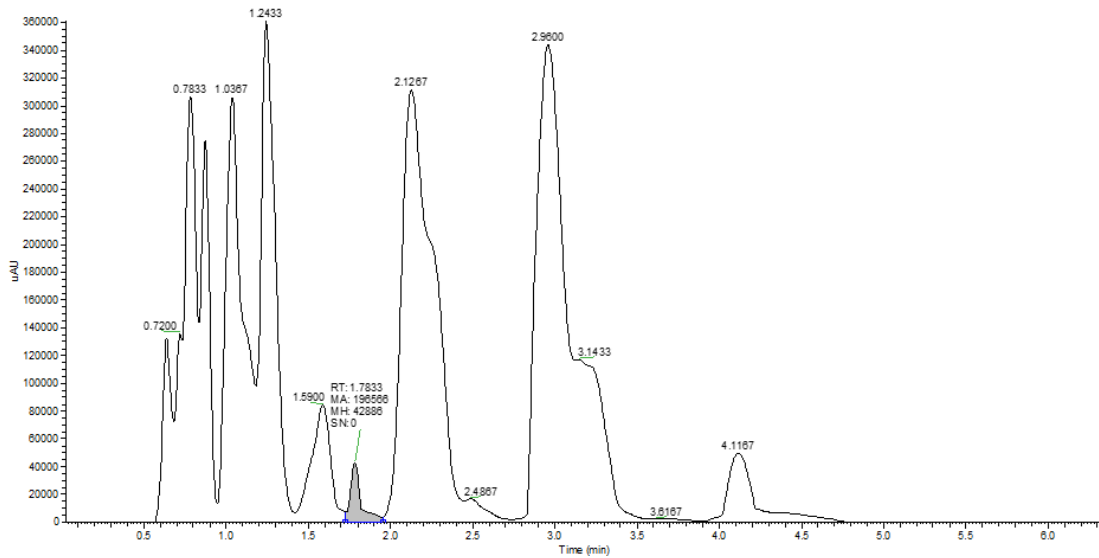
RT: 0.0000 - 4.8087



NL:
6.46E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R23

Muestra 24

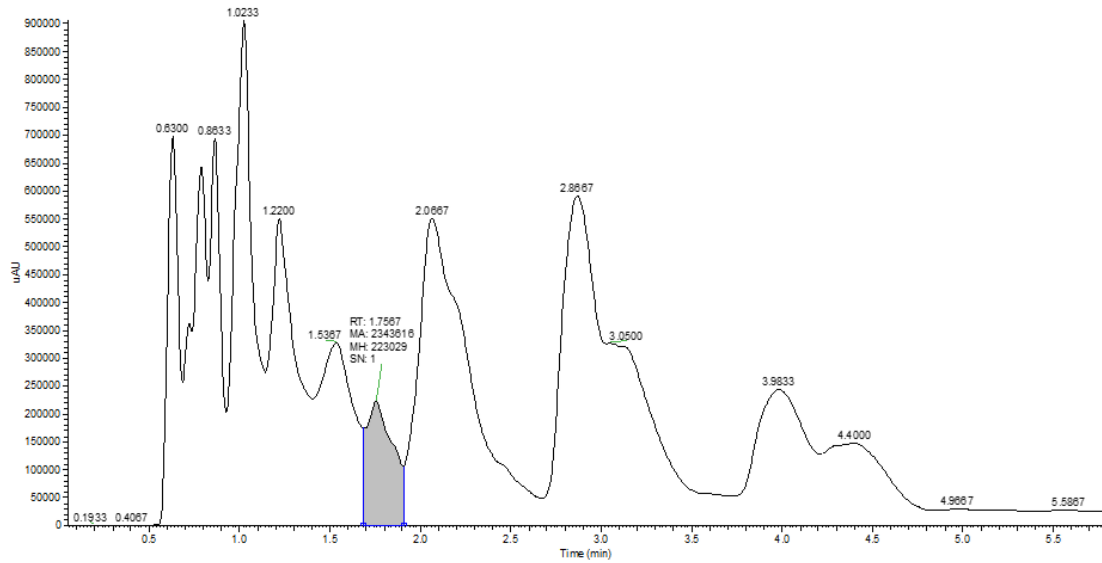
RT: 0.0256 - 6.3387



NL:
3.61E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
PDA R24

Muestra 25

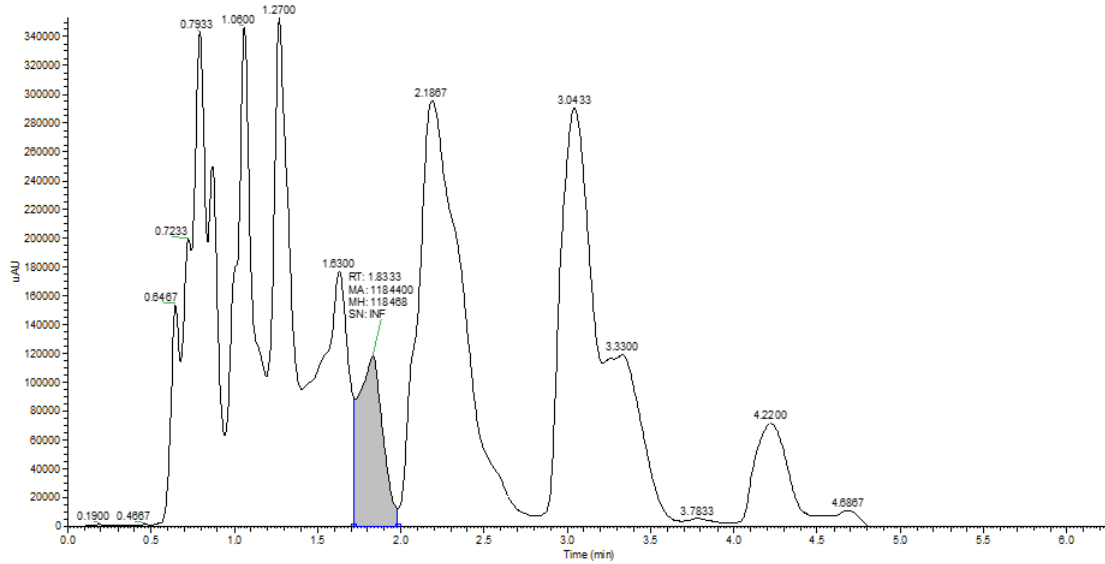
RT: 0.0516 - 5.7808



NL:
9.00E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0 P.DA
R25

Muestra 26

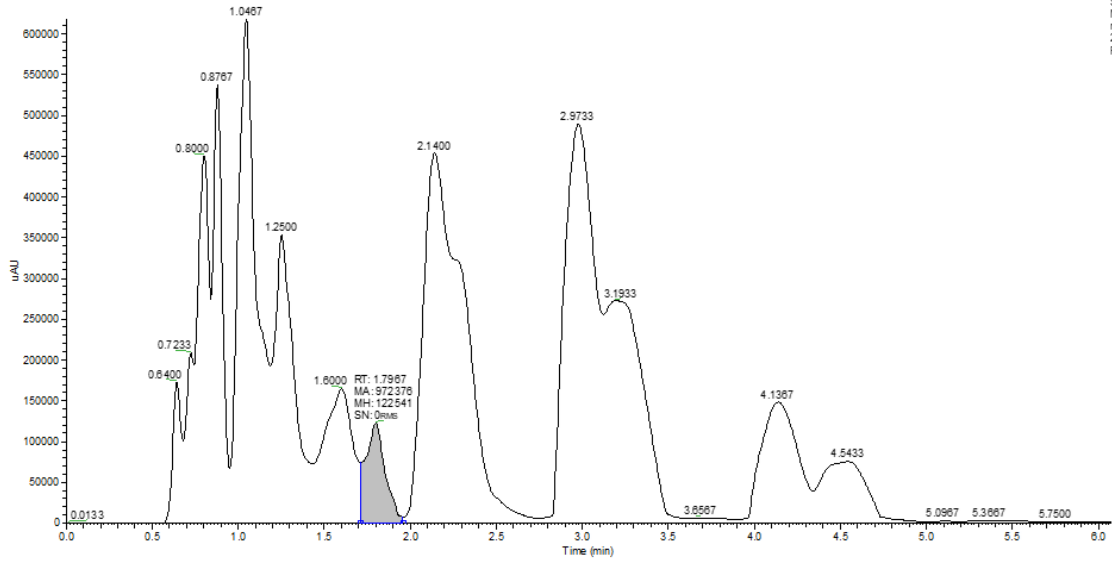
RT: 0.0000 - 6.2624



NL:
3.53E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0 P.DA
R26

Muestra 27

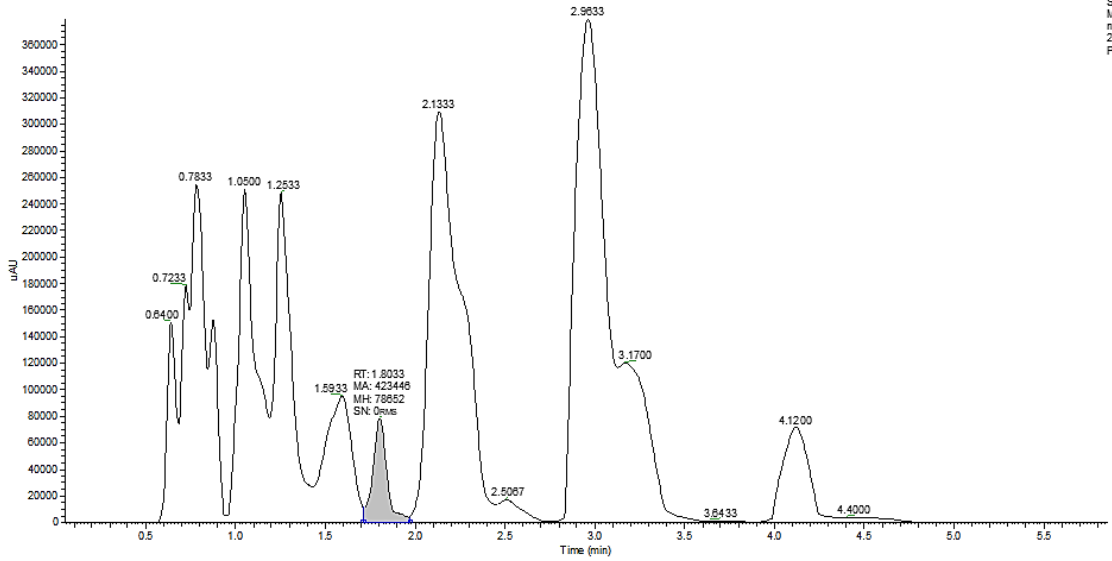
RT: 0.0000 - 8.0700



NL:
6.17E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R27

Muestra 28

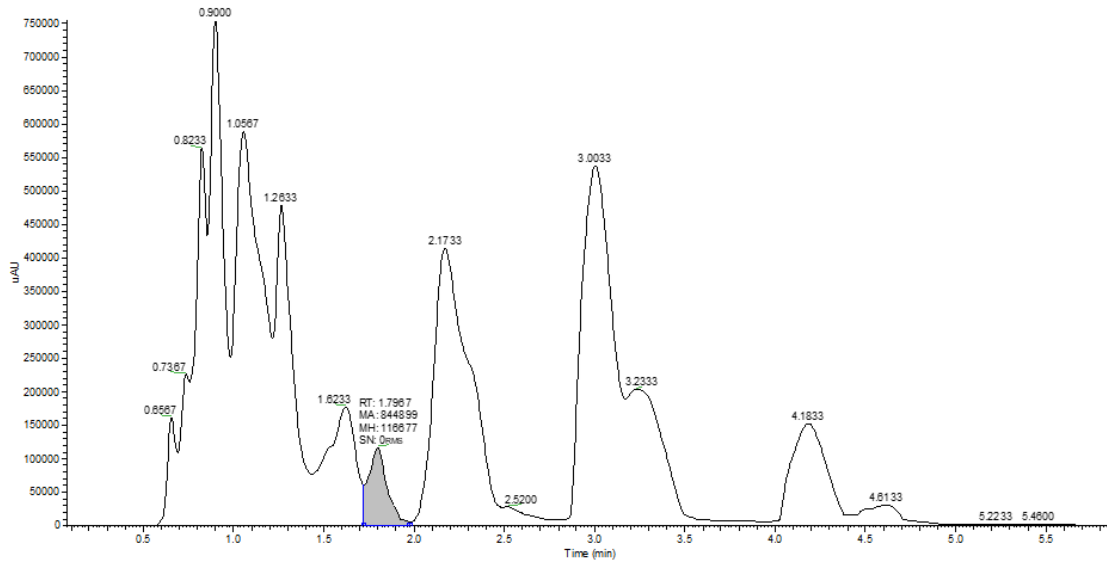
RT: 0.0511 - 5.8525



NL:
3.79E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0-
220.0
FDA R28

Muestra 29

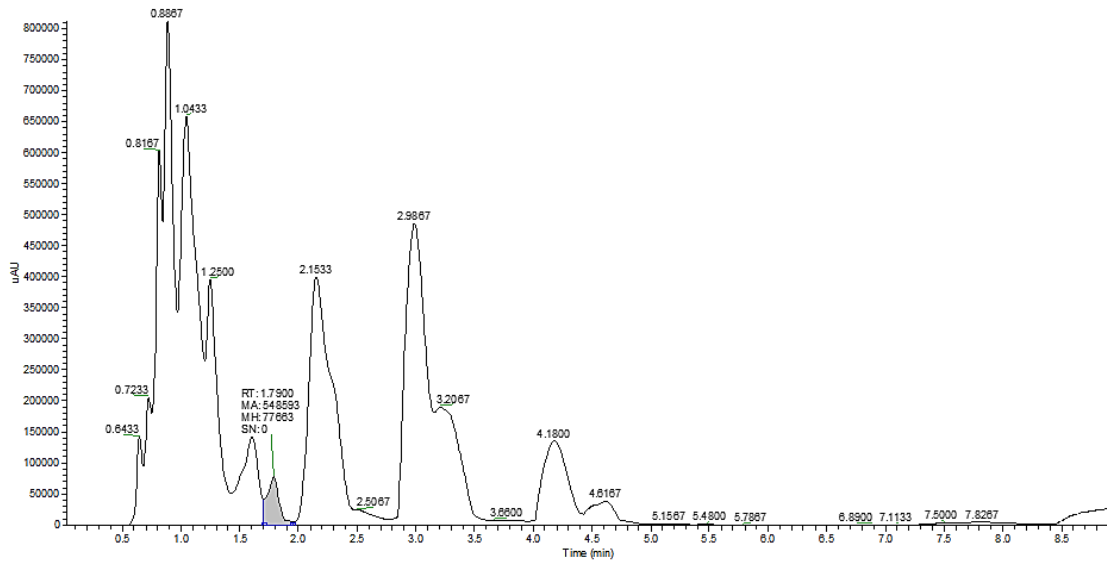
RT: 0.0767 - 5.8788



NL:
7.55E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0
PDA R29

Muestra 30

RT: 0.0256 - 8.9201

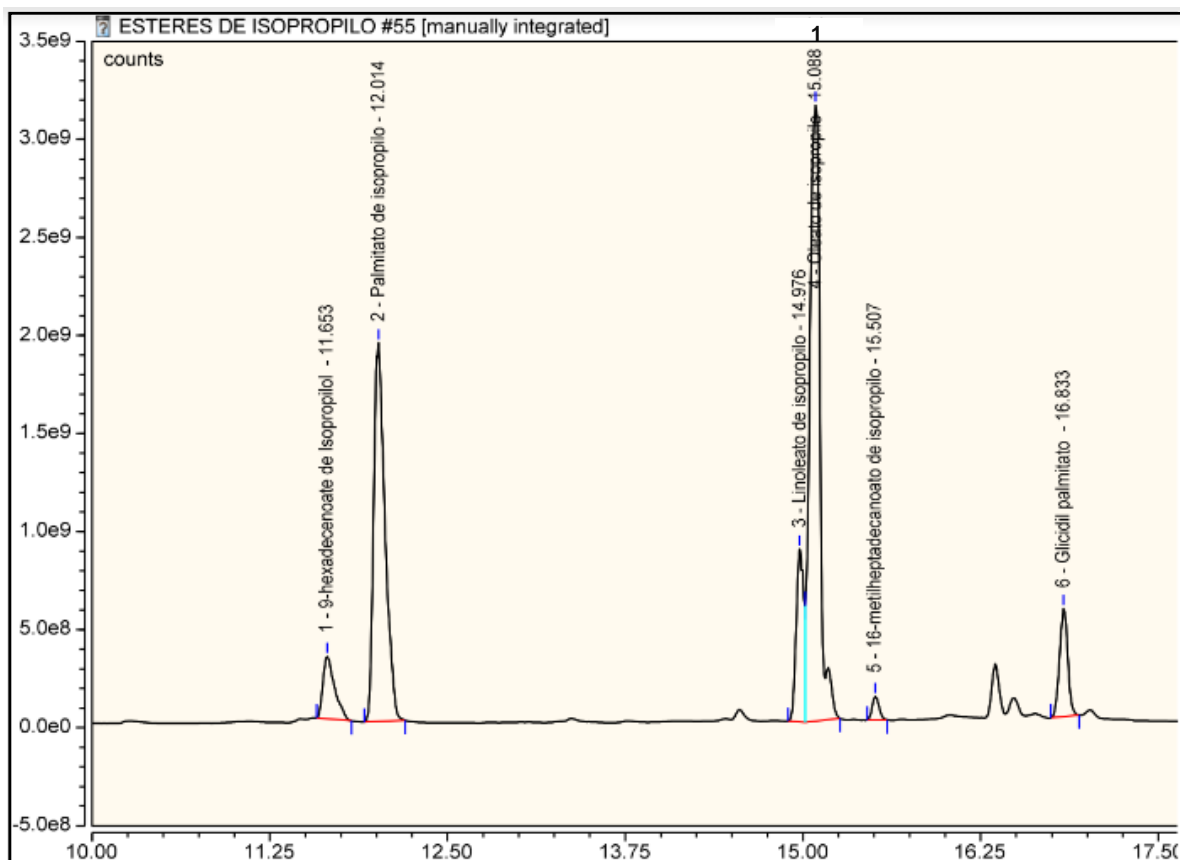


NL:
8.11E5
Spectrum
Maximum
nm=200.0
220.0
PDA R30

11.11 CROMATOGRAMAS DE MUESTRAS ANALIZADAS POR CROMATOGRAFÍA GASES (GC)

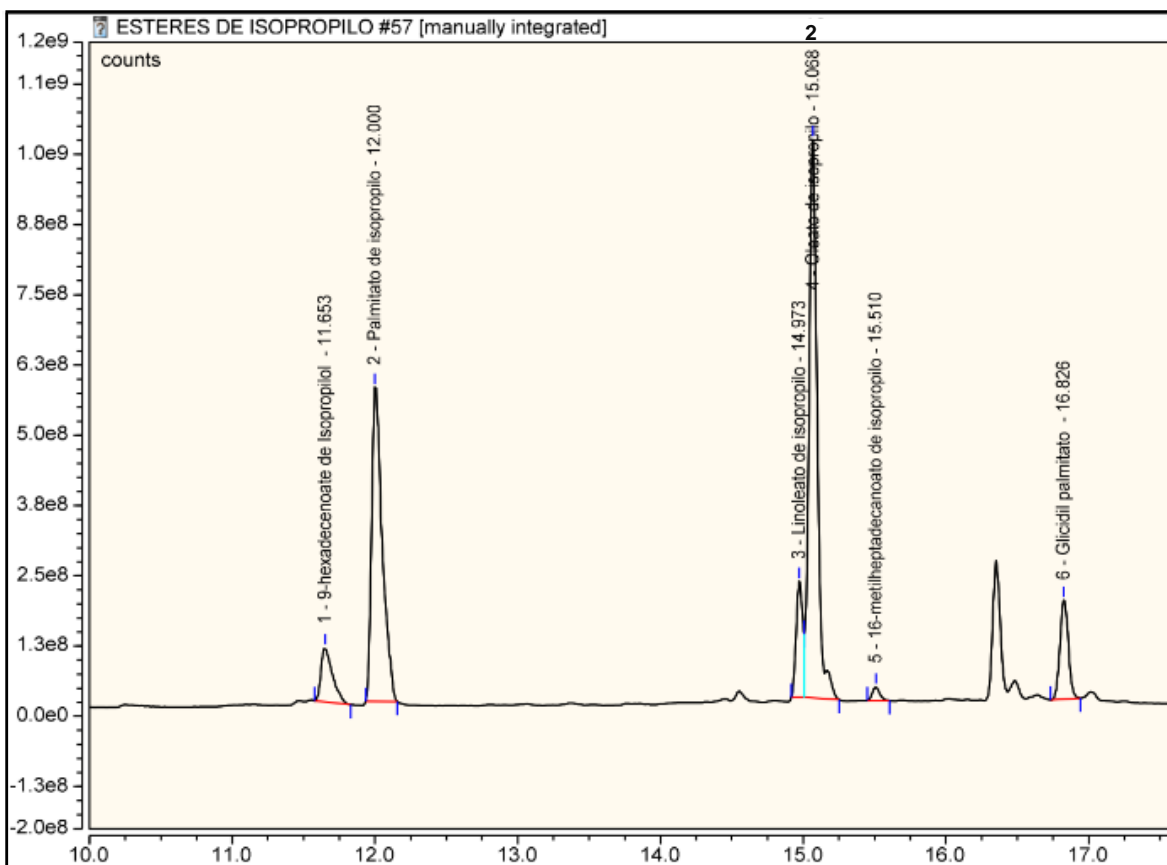
Muestra 1.

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	30469022.647	318855006.707
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	177405233.552	1930662366.299
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	54250775.111	881547527.070
4	15.09	Oleato de isopropilo	MB*	262757692.988	3140185019.351
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	6636886.538	120011506.950
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	36988586.667	550522375.037
TOTAL:				568508197.50	6941783801.41



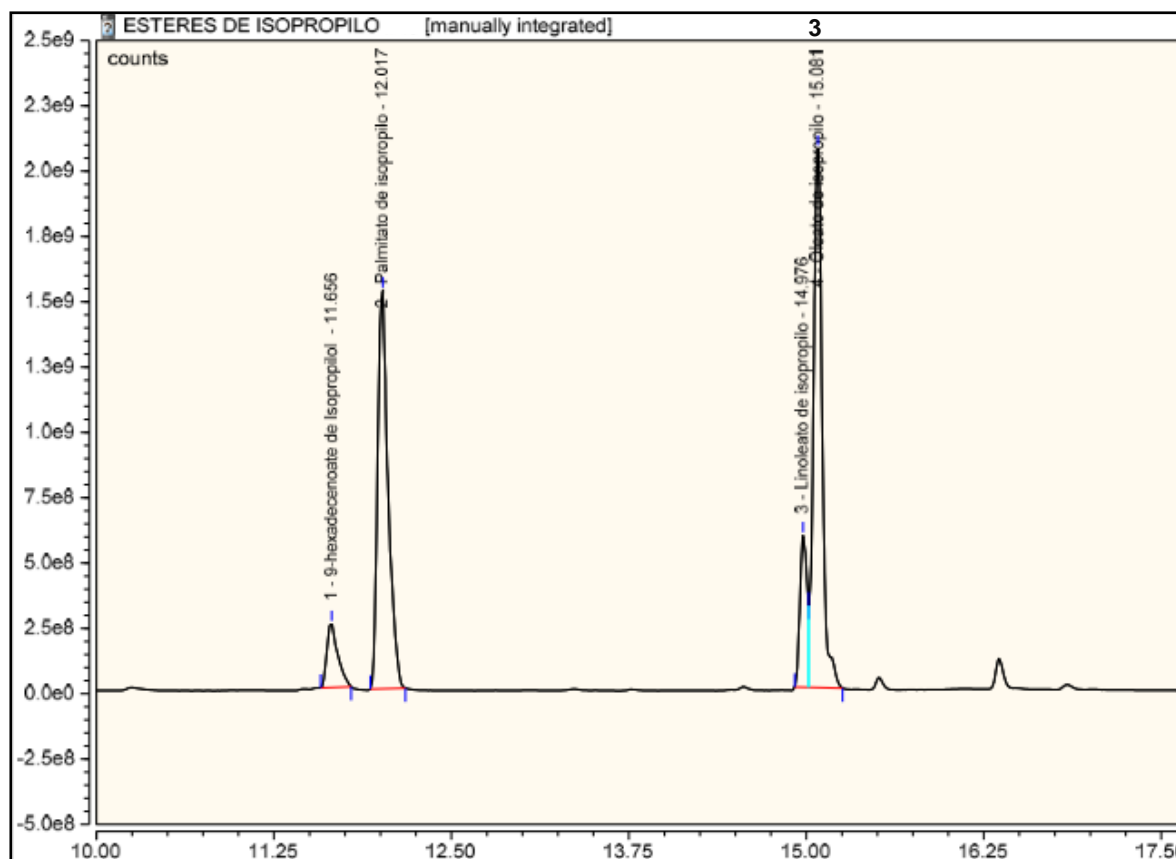
Muestra 2.

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	8823740.096	96386859.540
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	48131299.990	559194848.055
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	10802907.640	206768382.840
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	66860235.805	993582337.839
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1414390.603	23813506.939
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	11937591.165	175445931.959
TOTAL:				147970165.30	2055191867.17



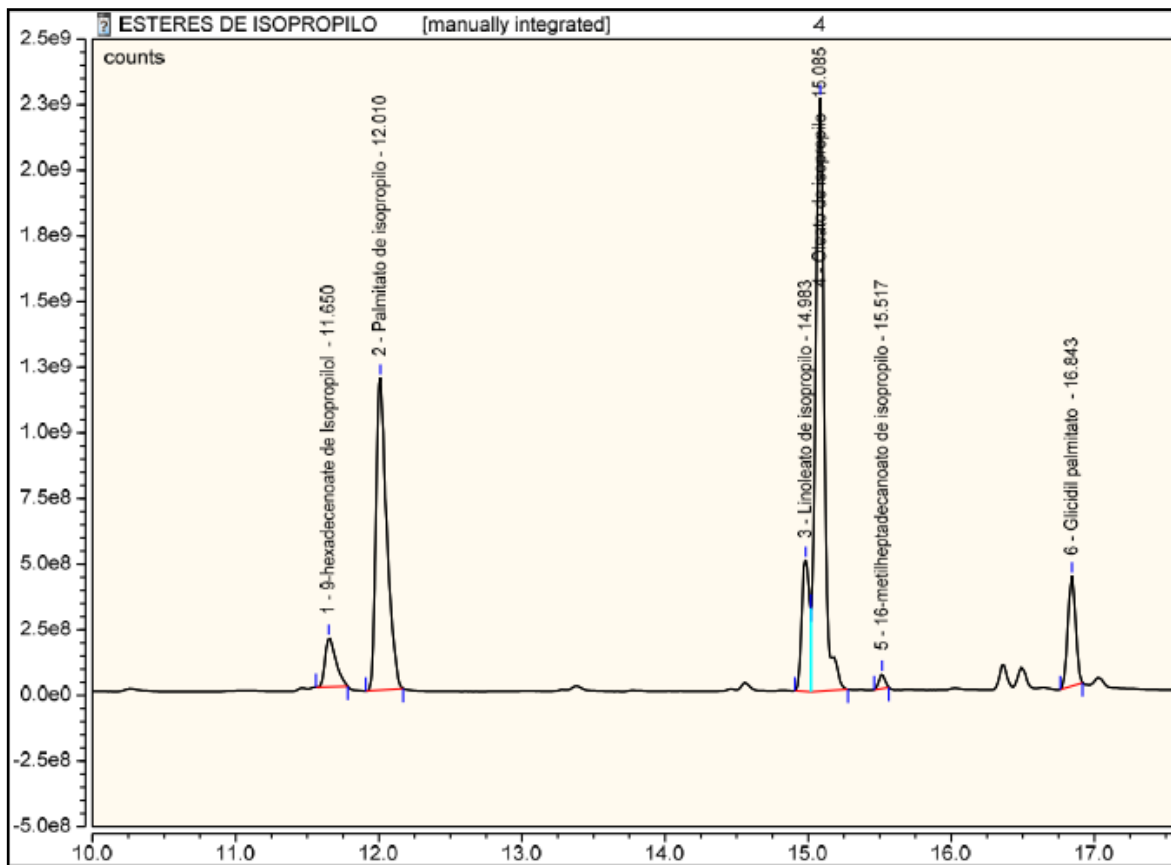
Muestra 3

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	21656775.417	241654830.786
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	130475099.341	1522352825.703
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	33463850.023	580544293.865
4	15.08	Oleato de isopropilo	MB*	148263134.161	2062070027.615
TOTAL:				333858858.94	4406621977.97



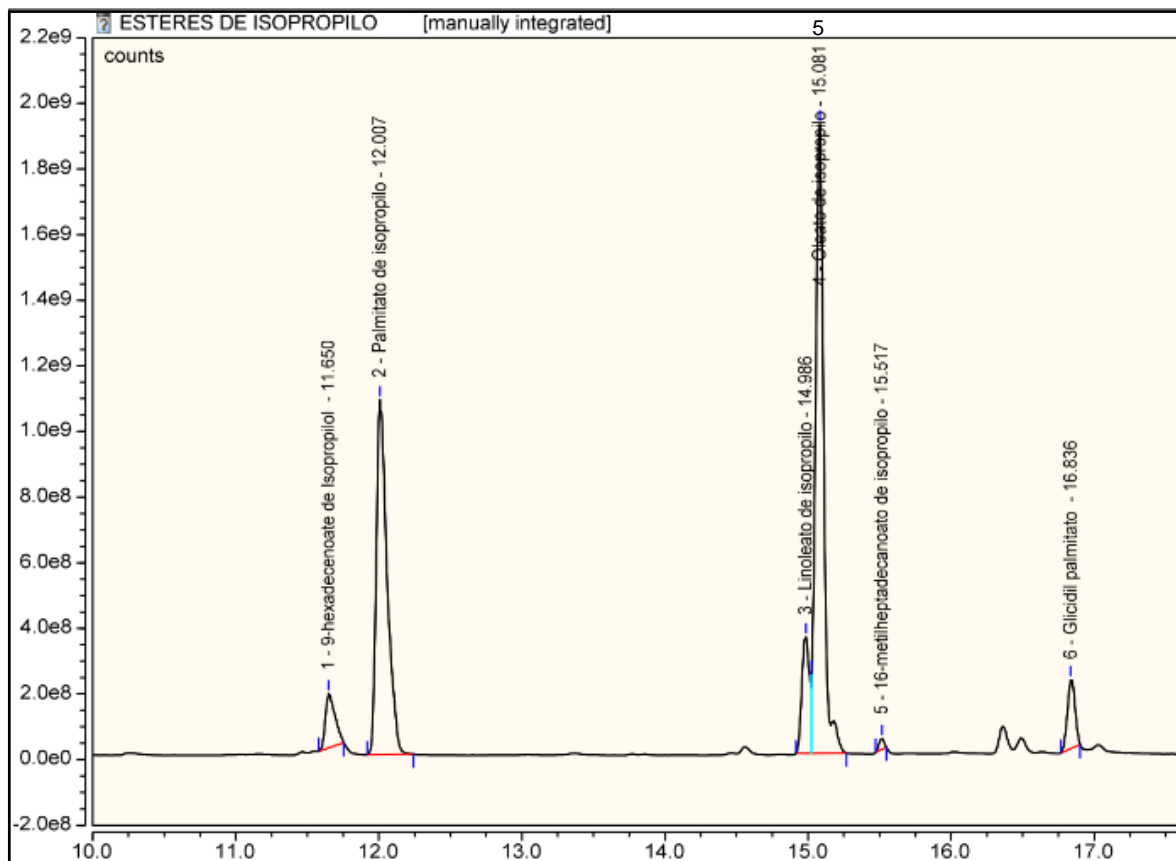
Muestra 4.

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	16327694.563	185385719.978
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	103809913.250	1188455022.639
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	30879166.917	499067727.673
4	15.08	Oleato de isopropilo	MB*	158538561.207	2258352909.966
5	15.52	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	2653194.201	54461382.444
6	16.84	Glicidi palmitato	BMB*	26226892.183	419250175.179
TOTAL:				338435422.32	4604972937.88



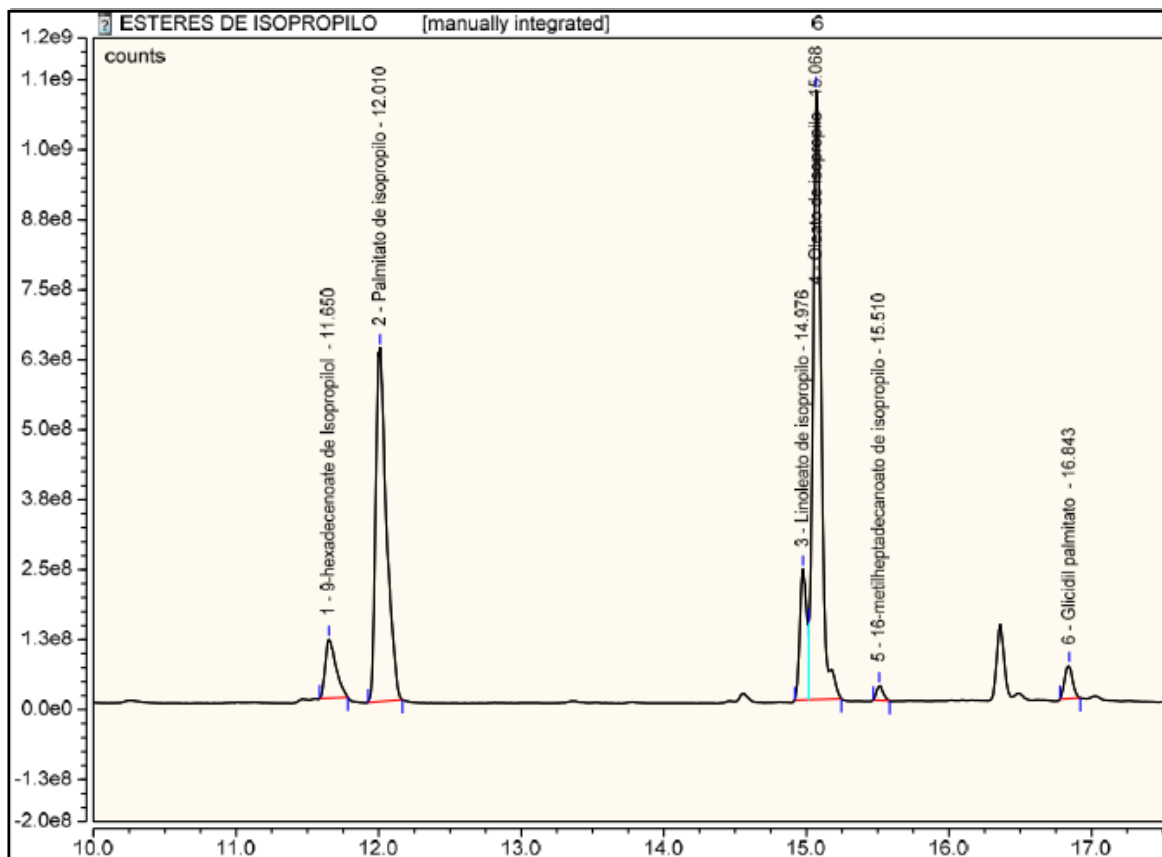
Muestra 5

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	12689906.912	164615263.489
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	94193002.277	1081513542.427
3	14.99	Linoleato de isopropilo	BM ^	21760992.384	354943068.948
4	15.08	Oleato de isopropilo	MB^	126153148.626	1916344645.176
5	15.52	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1374369.953	34031669.836
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	12910633.771	208965041.675
TOTAL:				269082053.92	3760413231.55



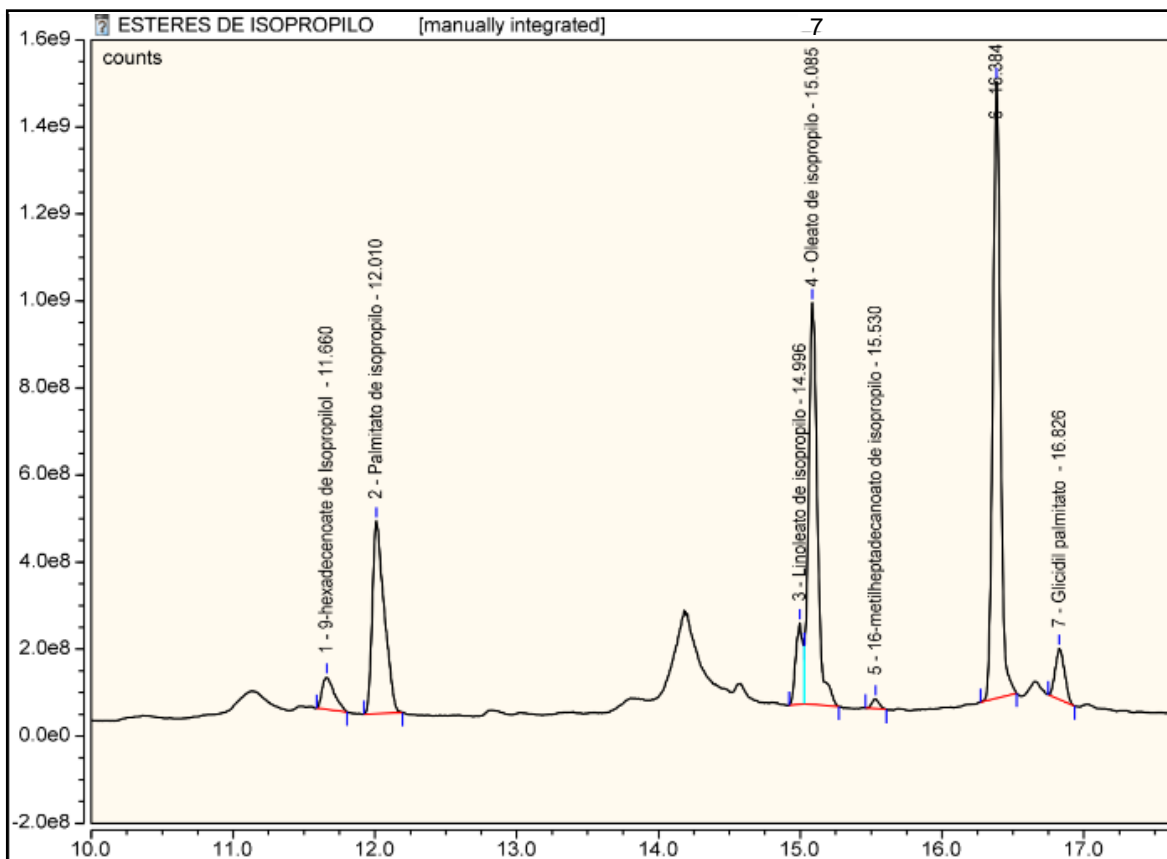
Muestra 6.

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	9113226.447	105106237.162
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	55350675.622	632044470.509
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	13182493.056	233899720.730
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	72888514.656	1088334591.953
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1377241.198	25946311.343
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	3803663.223	59092533.199
TOTAL:				155715814.20	2144423864.90



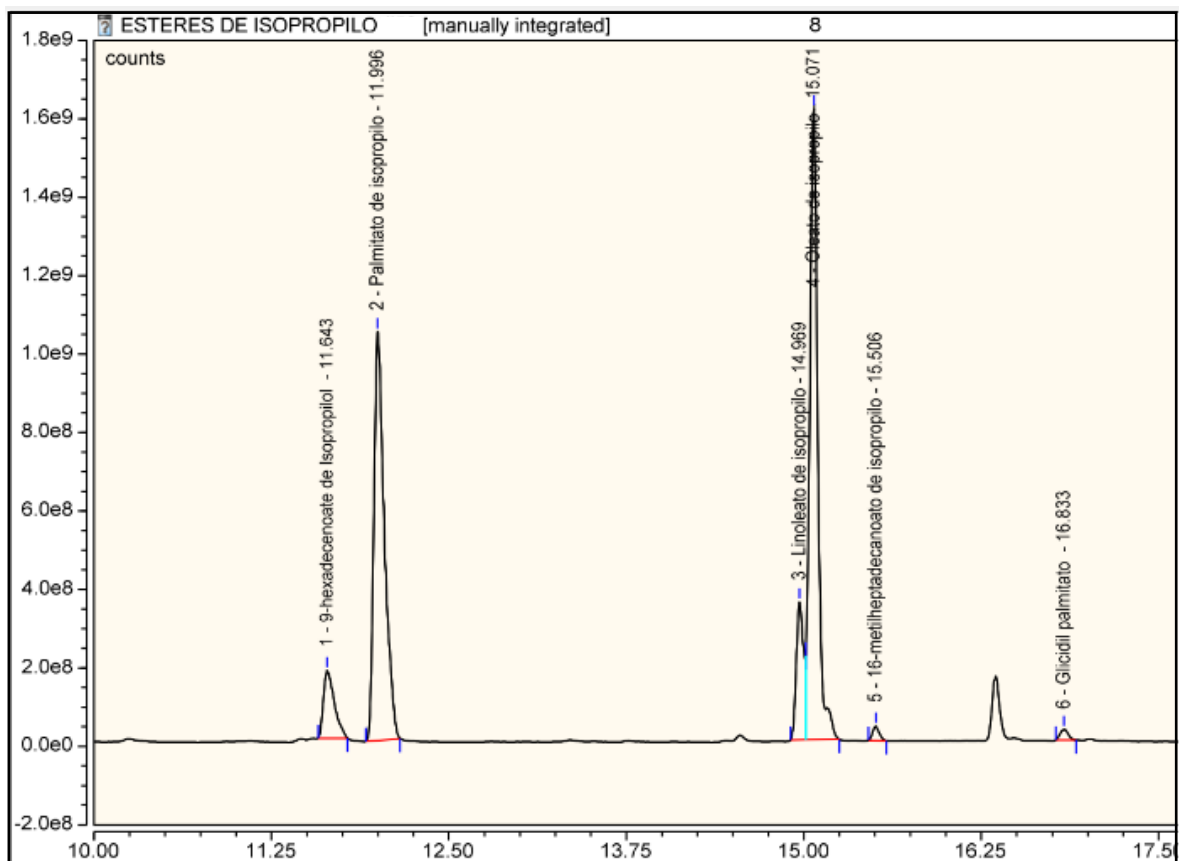
Muestra 7.

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	7384036.663	74724514.529
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	42810364.440	443053456.989
3	15.00	Linoleato de isopropilo	BM ^	10702642.025	186362099.288
4	15.08	Oleato de isopropilo	MB*	66065899.201	923067870.786
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1284072.271	21802366.605
7	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	8826902.273	117488400.620
TOTAL:				137073916.87	1766498708.82



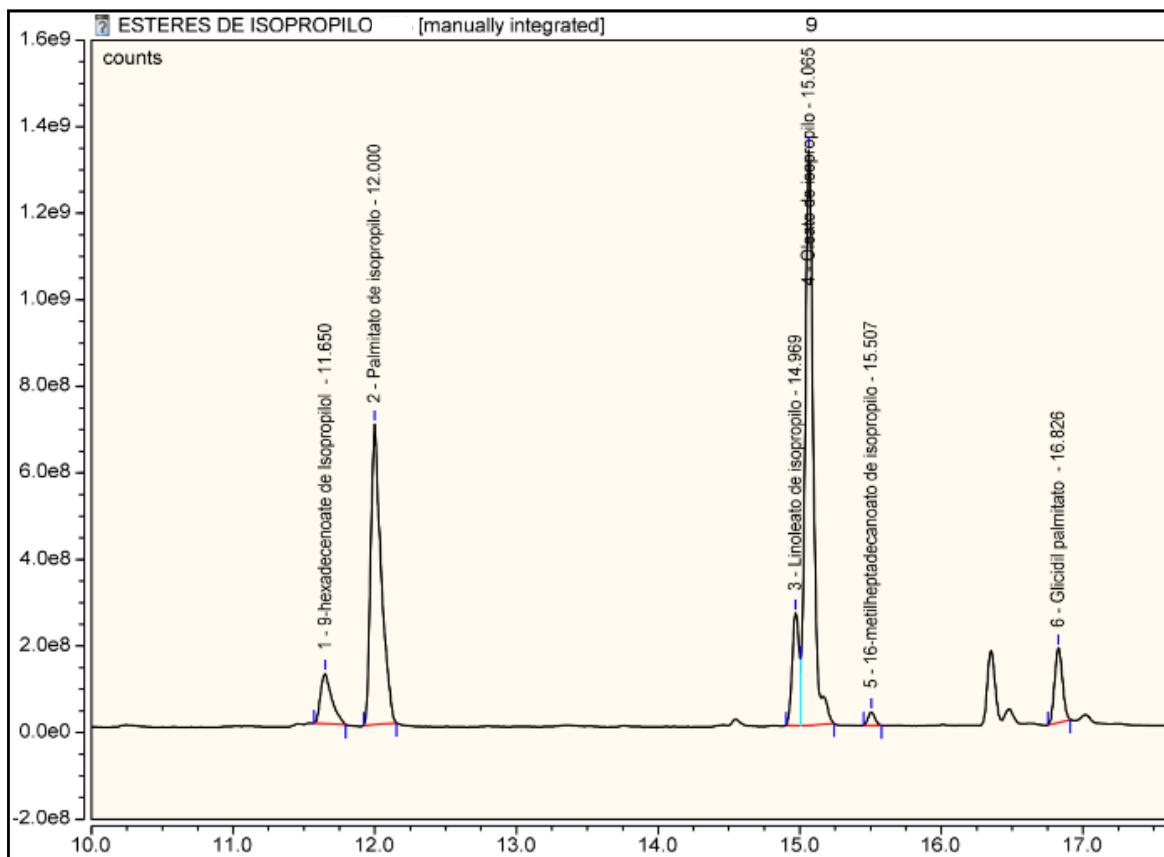
Muestra 8

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	15287301.399	172196453.913
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	89124530.451	1041702226.228
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	21067231.759	351844315.471
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	105932731.228	1608661911.347
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1968053.362	37012710.431
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	1771226.409	26933473.456
TOTAL:				235151074.61	3238351090.85



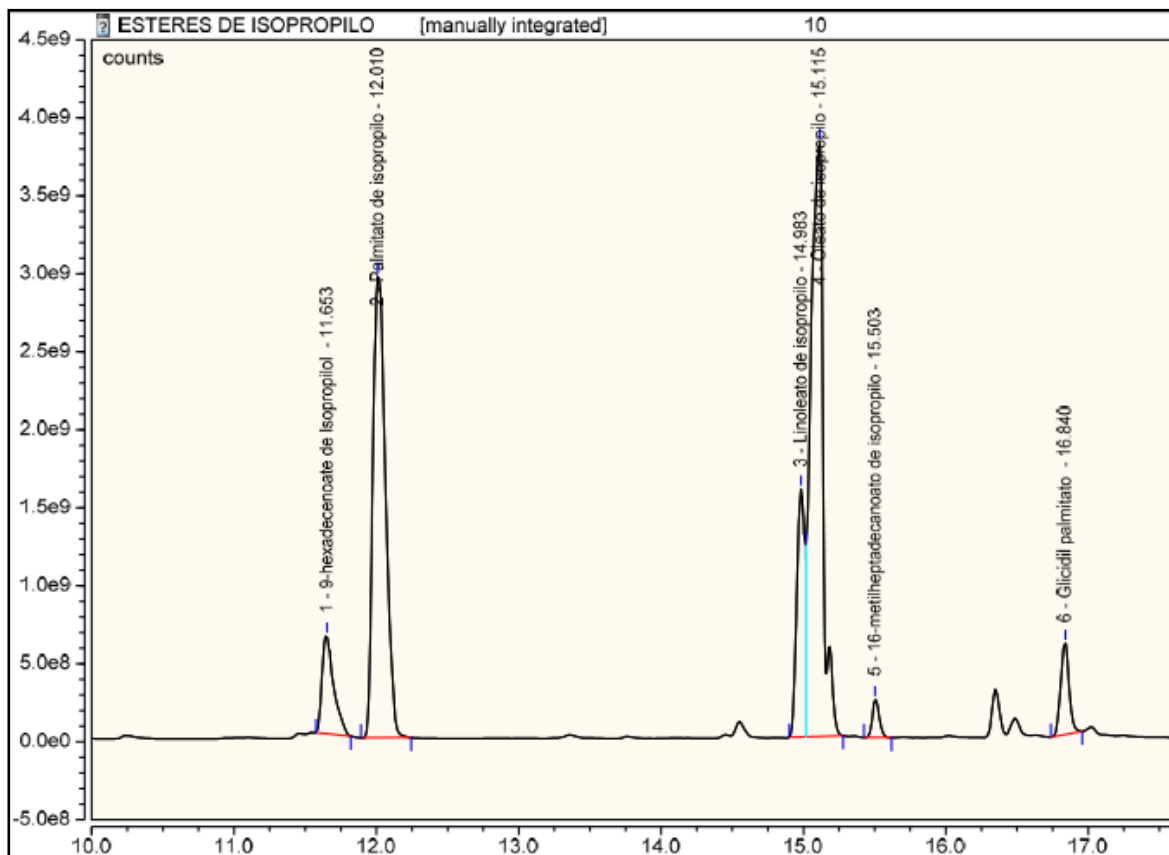
Muestra 9

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	10608864.257	116211589.071
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	58937016.968	694102942.478
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	14639540.365	260901928.937
4	15.06	Oleato de isopropilo	MB*	88649204.534	1329424876.761
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1705032.175	30734186.839
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	11060935.330	172422142.647
TOTAL:				185600593.63	2603797666.73



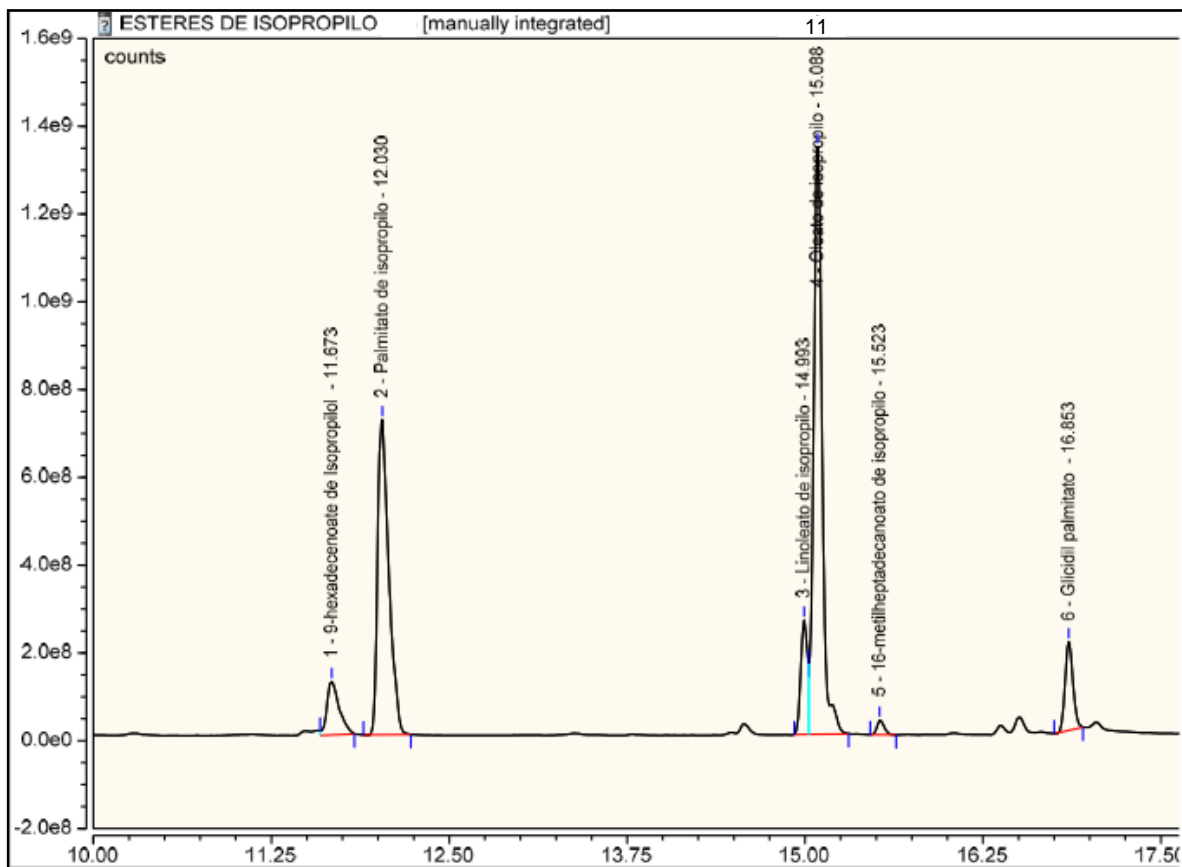
Muestra 10

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	59654170.369	625475023.515
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	304171069.464	2953565329.093
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	102402461.035	1588915912.284
4	15.12	Oleato de isopropilo	MB*	388040001.195	3810065725.568
5	15.50	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	13640406.592	242784944.978
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	40002867.526	585481997.132
TOTAL:				907910976.18	9806288932.57



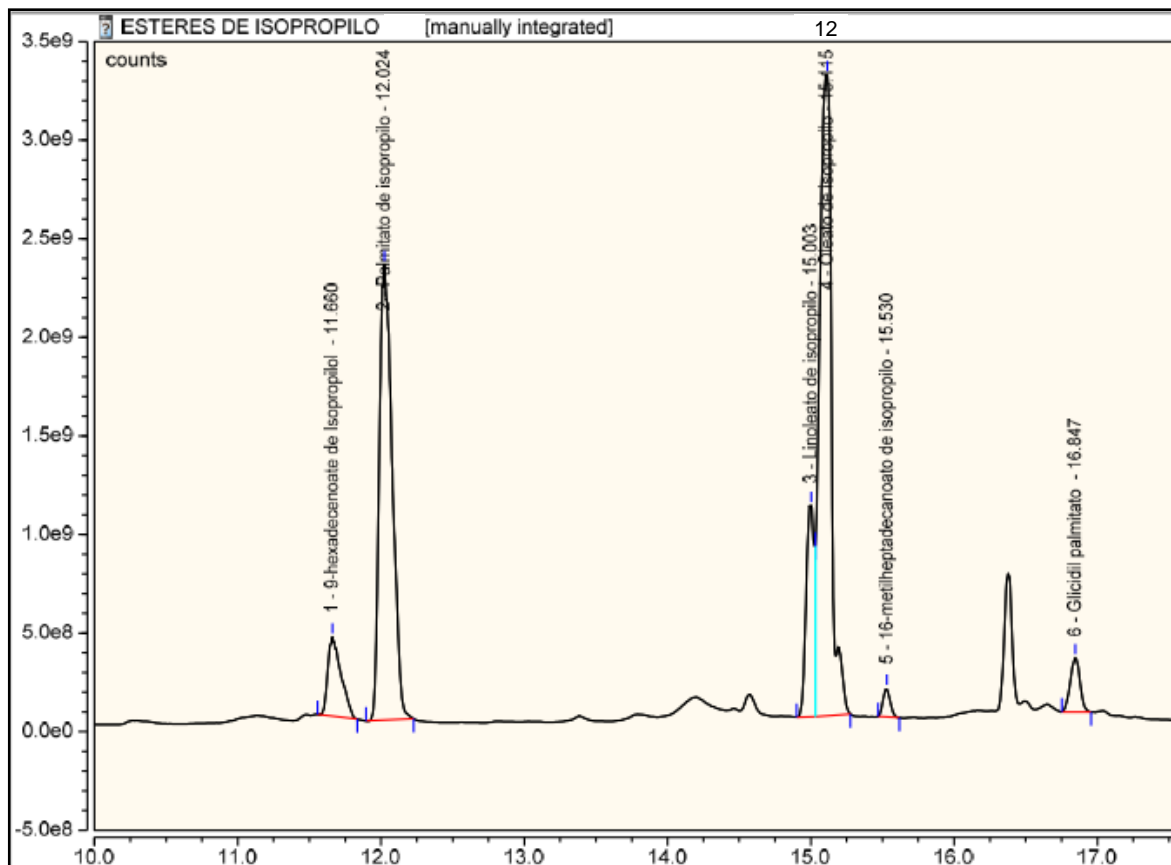
Muestra 11

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.67	9-hexadecenoato de isopropilol	MB*	12104495.413	121338635.711
2	12.03	Palmitato de isopropilo	BMB*	65346230.580	717541671.559
3	14.99	Linoleato de isopropilo	BM *	14109503.838	260339366.081
4	15.09	Oleato de isopropilo	M *	92926376.705	1338551585.911
5	15.52	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1879580.465	32950028.753
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	12775870.598	201637036.492
TOTAL:				199142057.60	2672358324.51



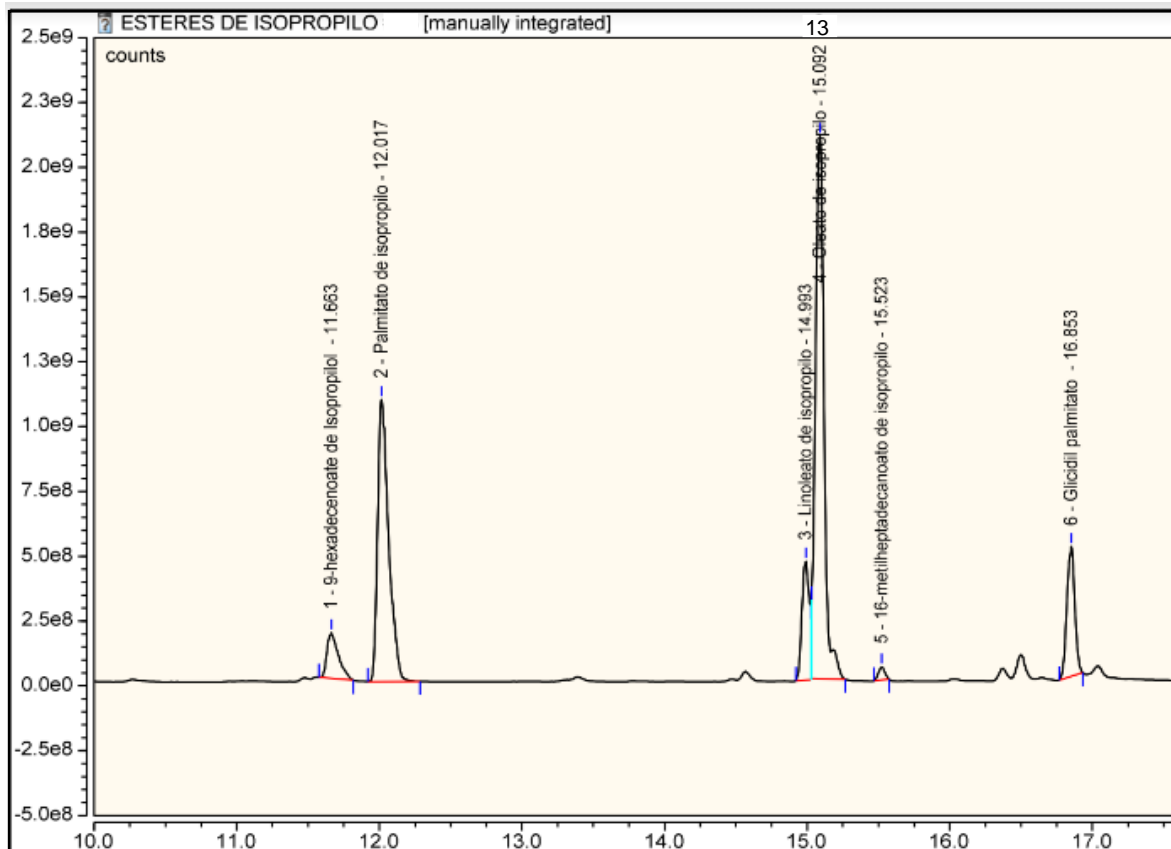
Muestra 12

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	42597434.605	401609697.413
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	241110384.658	2310899134.133
3	15.00	Linoleato de isopropilo	BM *	69095128.876	1071957061.044
4	15.12	Oleato de isopropilo	MB*	315674292.015	3251580760.944
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	8336473.197	145644317.868
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	21574444.640	274922413.537
TOTAL:				698388157.99	7456613384.94



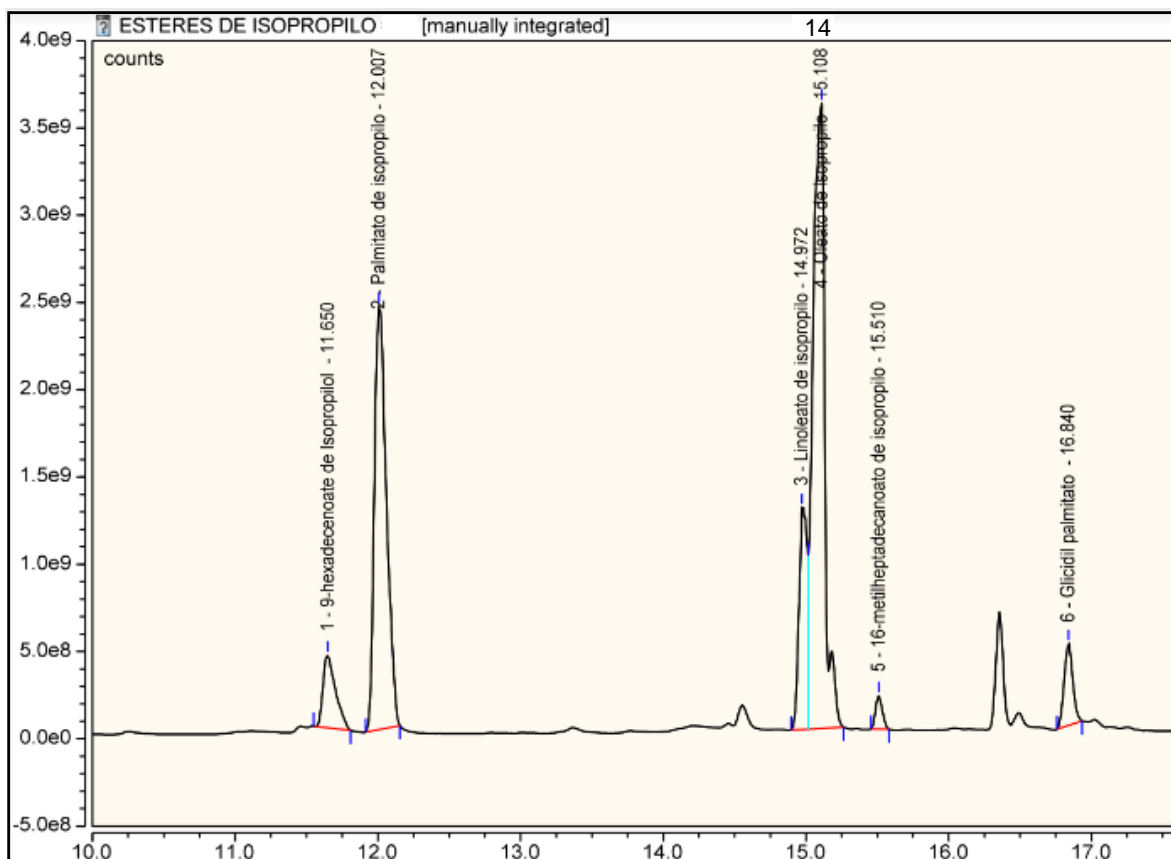
Muestra 13

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	16327950.963	175819595.661
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	97775642.820	1087930793.124
3	14.99	Linoleato de isopropilo	BM *	27129240.041	457751530.386
4	15.09	Oleato de isopropilo	MB*	146933363.852	2092200391.263
5	15.52	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	2585722.920	50655662.501
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	31992810.940	500851639.211
TOTAL:				322744731.54	4365209612.15



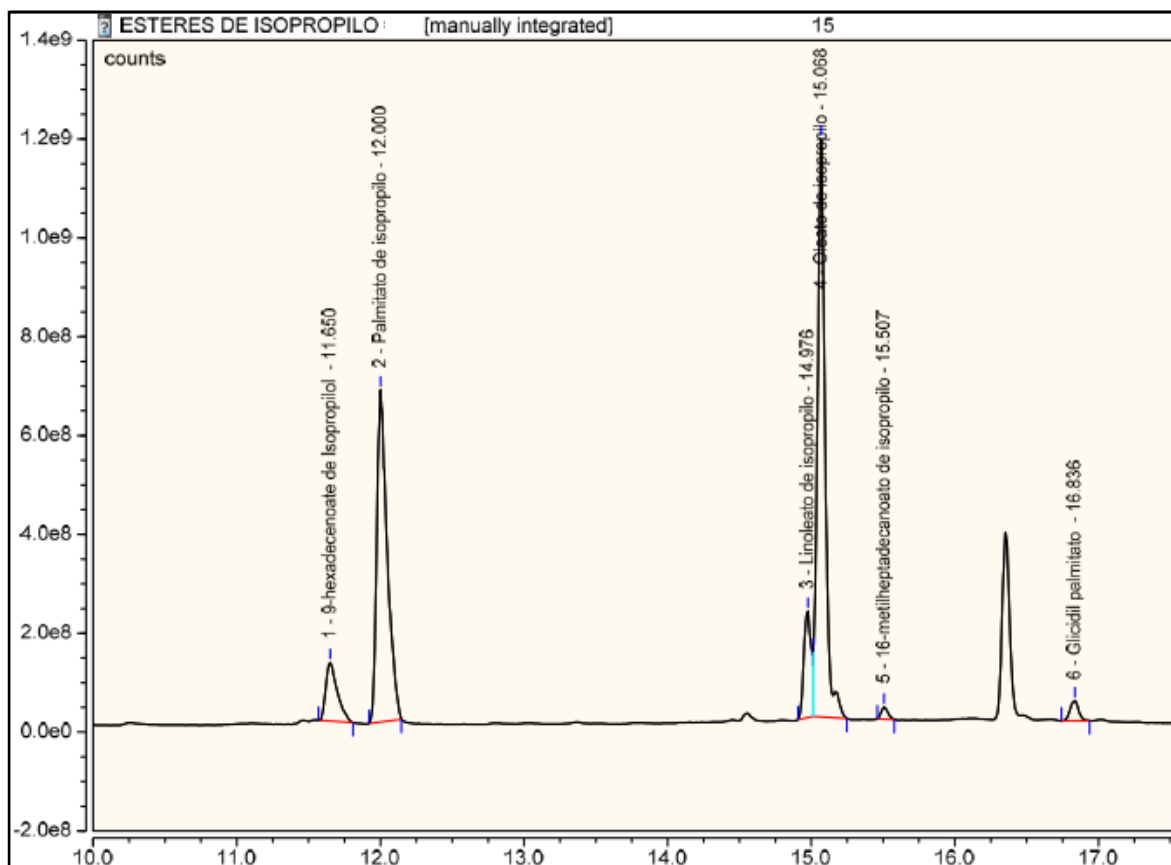
Muestra 14

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	42237387.061	417991727.593
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	236661971.674	2427136694.470
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	83744285.628	1273316498.682
4	15.11	Oleato de isopropilo	MB*	346884004.024	3582181948.769
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	10520850.203	191524723.320
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	32721511.942	470826438.021
TOTAL:				752770010.53	8362978030.85



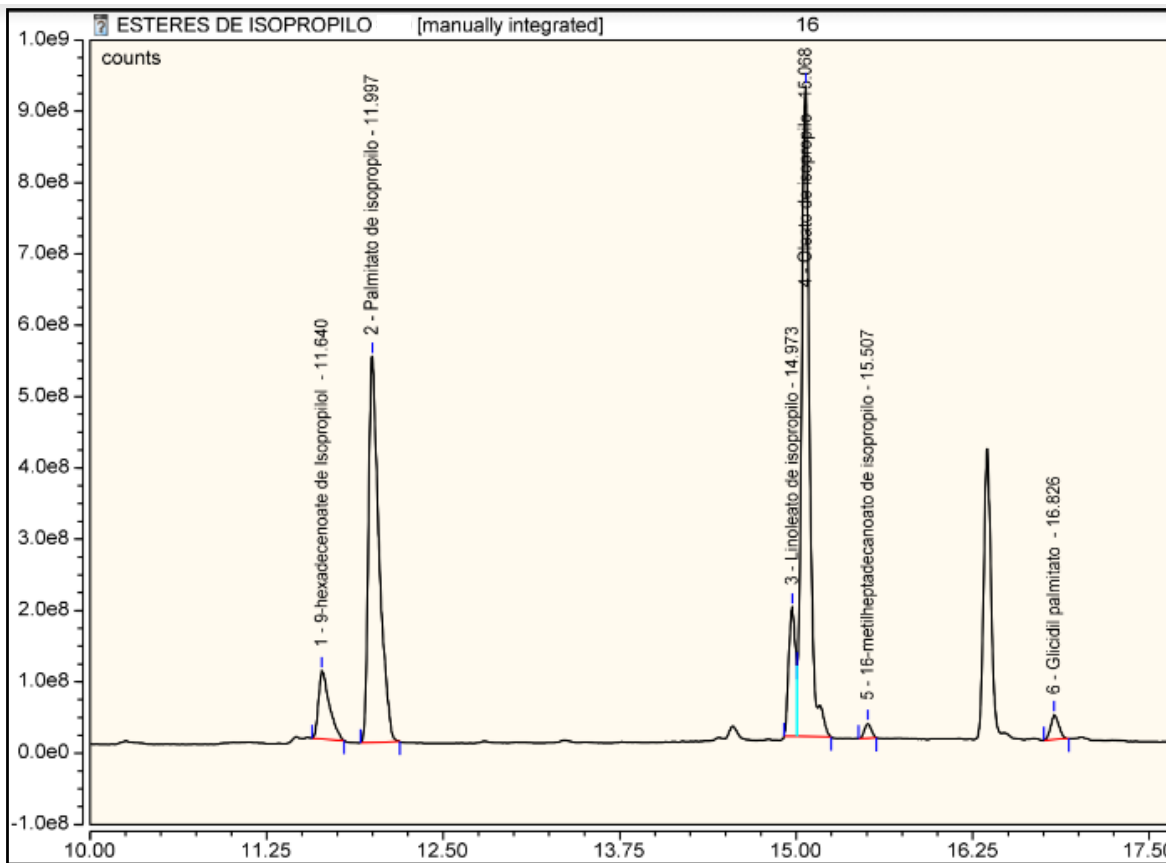
Muestra 15

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	10862007.256	118456249.033
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	56569493.226	671942076.903
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	12813837.706	215227402.232
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	71556670.859	1169131887.276
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1328298.507	24183608.627
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	2804330.858	40853592.729
TOTAL:				155934638.41	2239794816.80



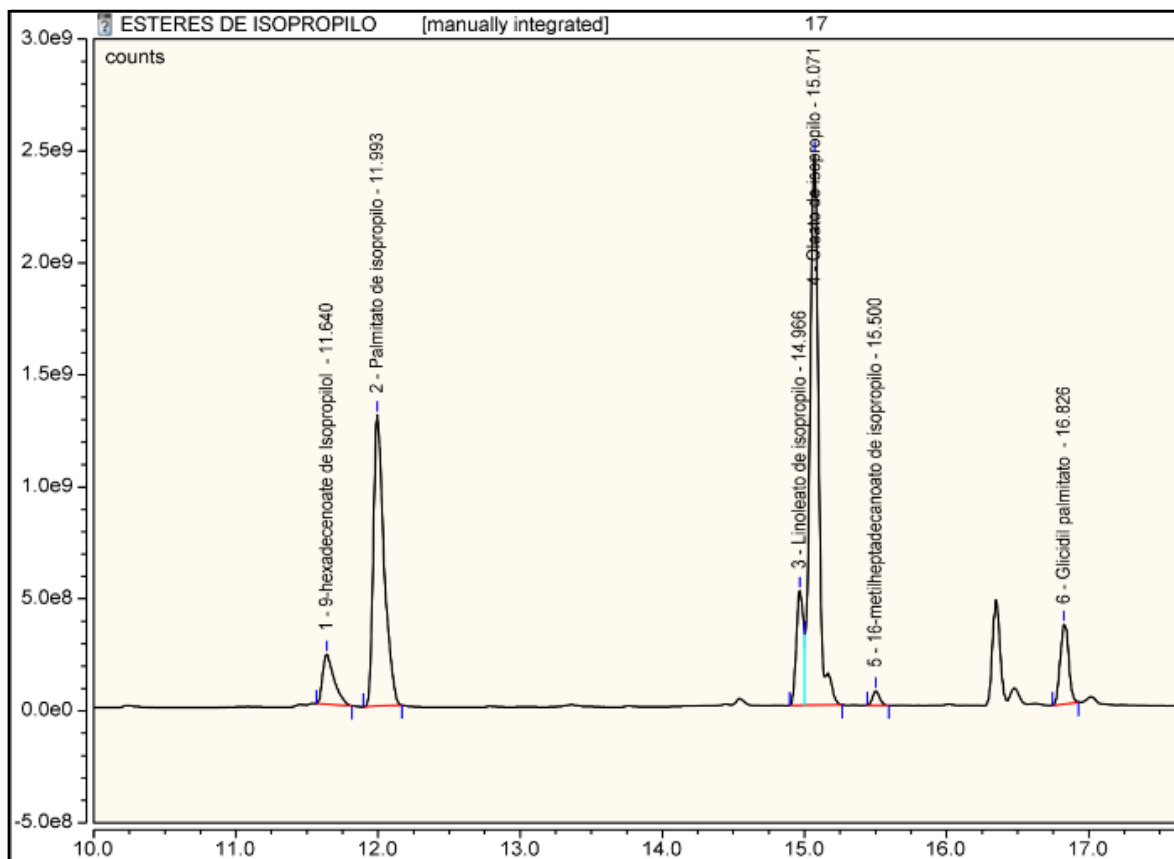
Muestra 16

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	8449179.845	96243651.439
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	46719567.963	541027417.131
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM ^	9945315.193	181299558.353
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	59944802.199	911567604.376
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1120846.313	20677360.360
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	2316567.796	34810277.550
TOTAL:				128496279.31	1785625869.21



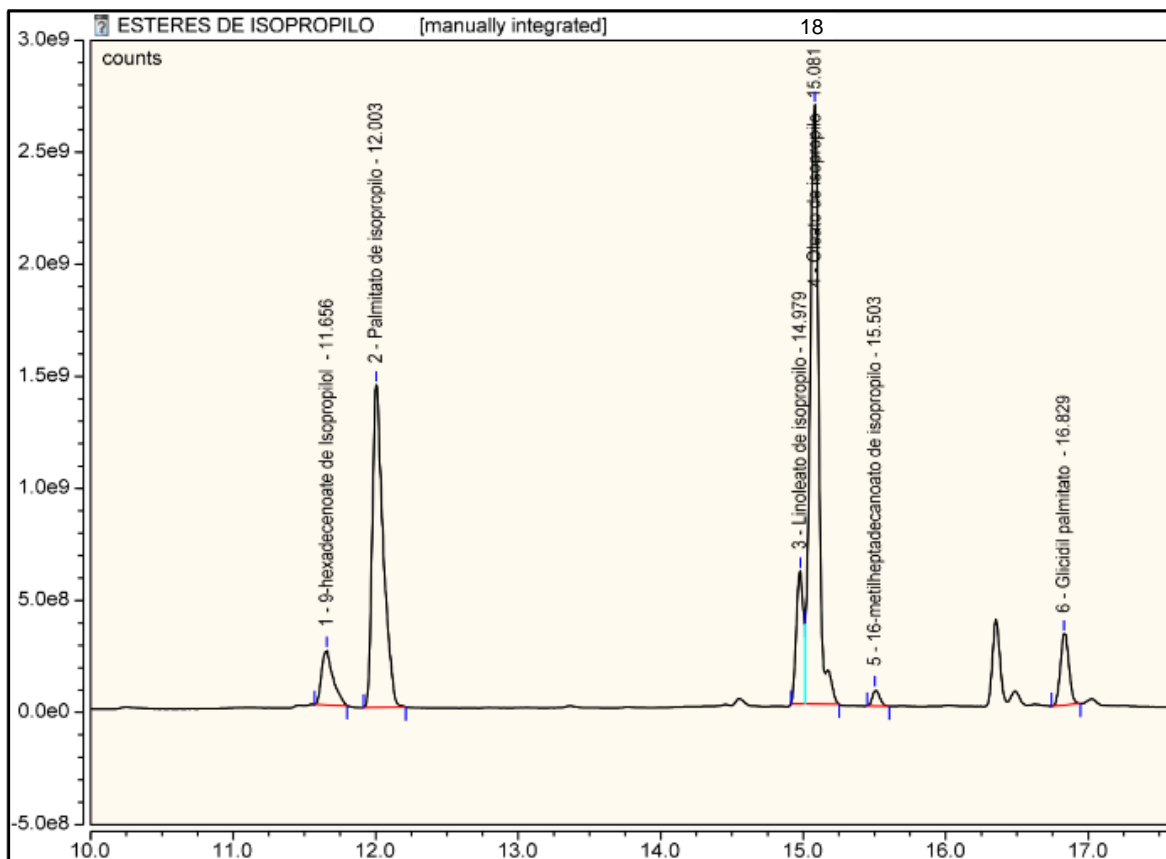
Muestra 17

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	20912974.206	224072651.748
2	11.99	Palmitato de isopropilo	BMB*	113311388.551	1301088252.294
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	28259079.670	511901833.077
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	174219463.943	2455525282.993
5	15.50	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	3664362.510	64419592.029
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	24563500.070	356264111.639
TOTAL:				364930768.95	4913271723.78



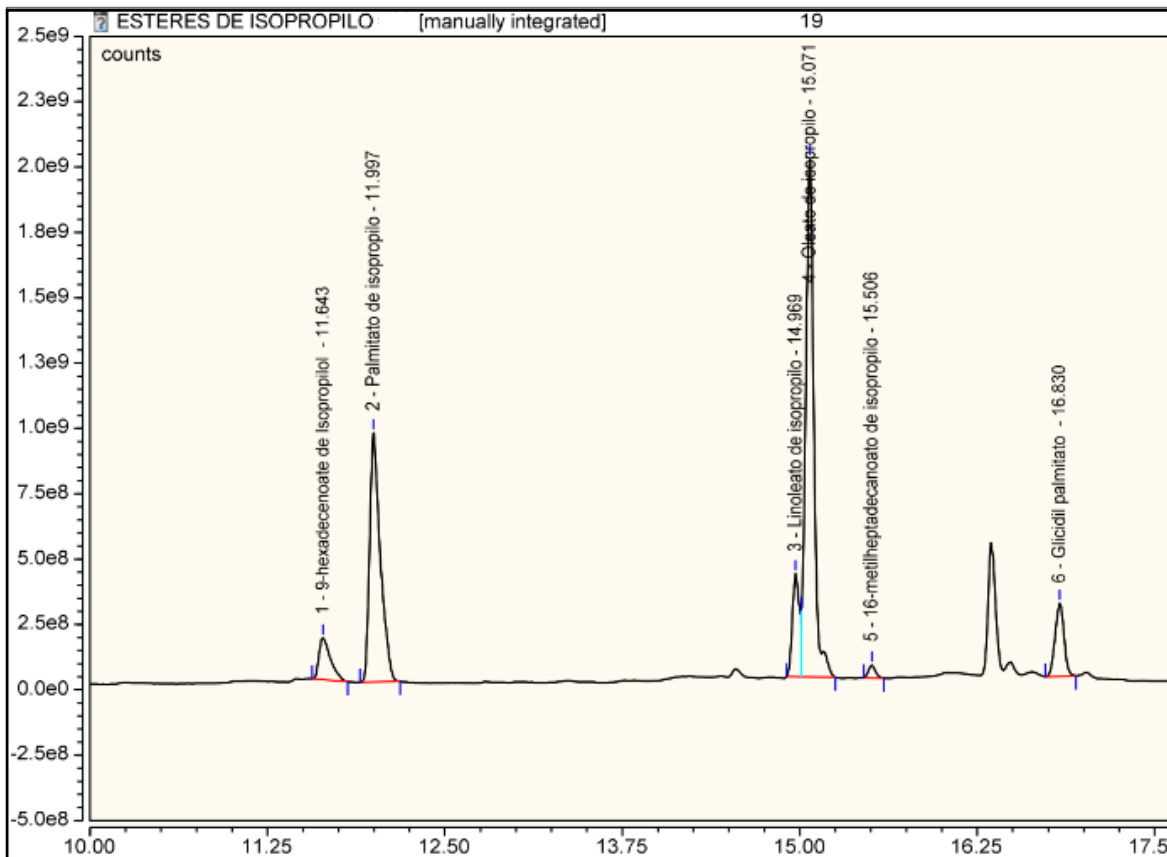
Muestra 18

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	22462052.069	244285511.778
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	127683155.254	1440011004.437
3	14.98	Linoleato de isopropilo	BM *	34177475.608	592992536.445
4	15.08	Oleato de isopropilo	MB*	192164049.962	2673538181.743
5	15.50	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	4310655.222	72742783.350
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	21985265.094	317841441.258
TOTAL:				402782653.21	5341411459.01



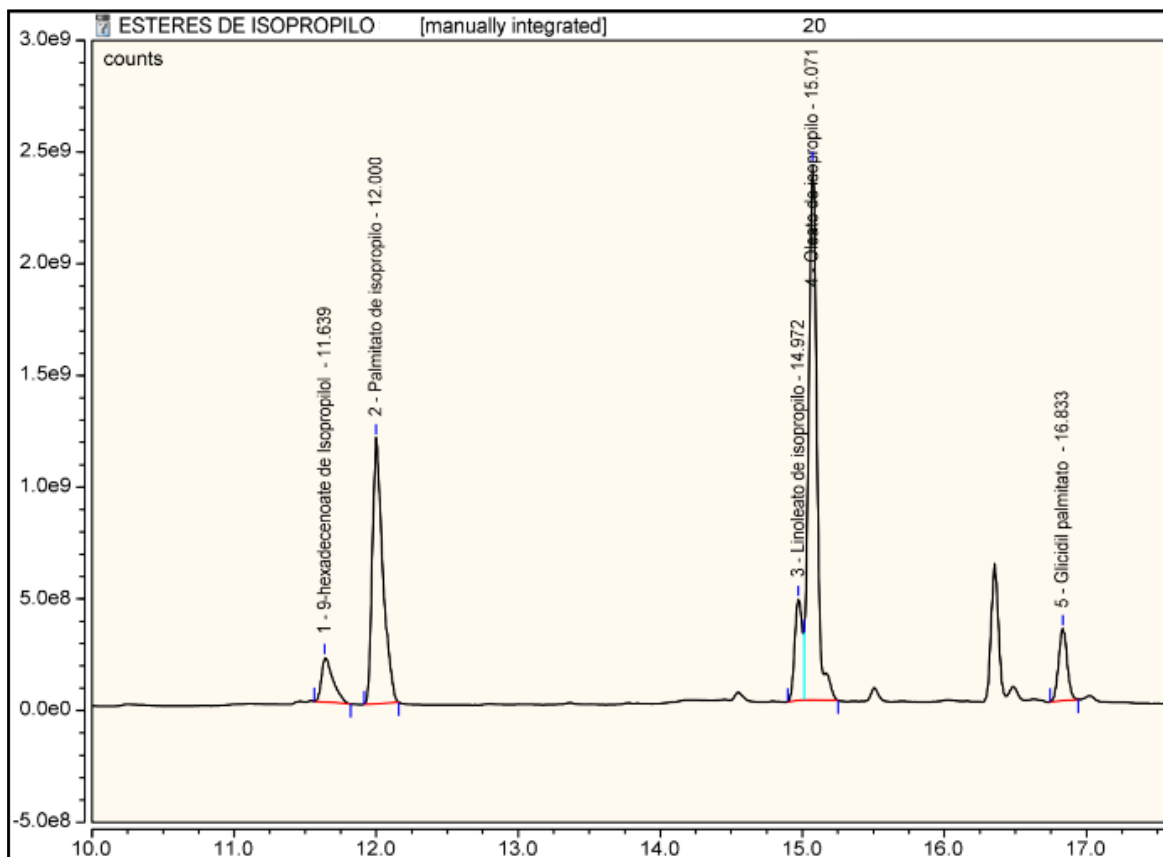
Muestra 19

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	14962113.667	160349014.595
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	82349210.913	953402909.500
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	22699762.144	393682905.127
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	132151389.150	1983855750.215
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	2725834.523	48972184.309
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	20216626.288	279923209.158
TOTAL:				275104936.68	3820185972.90



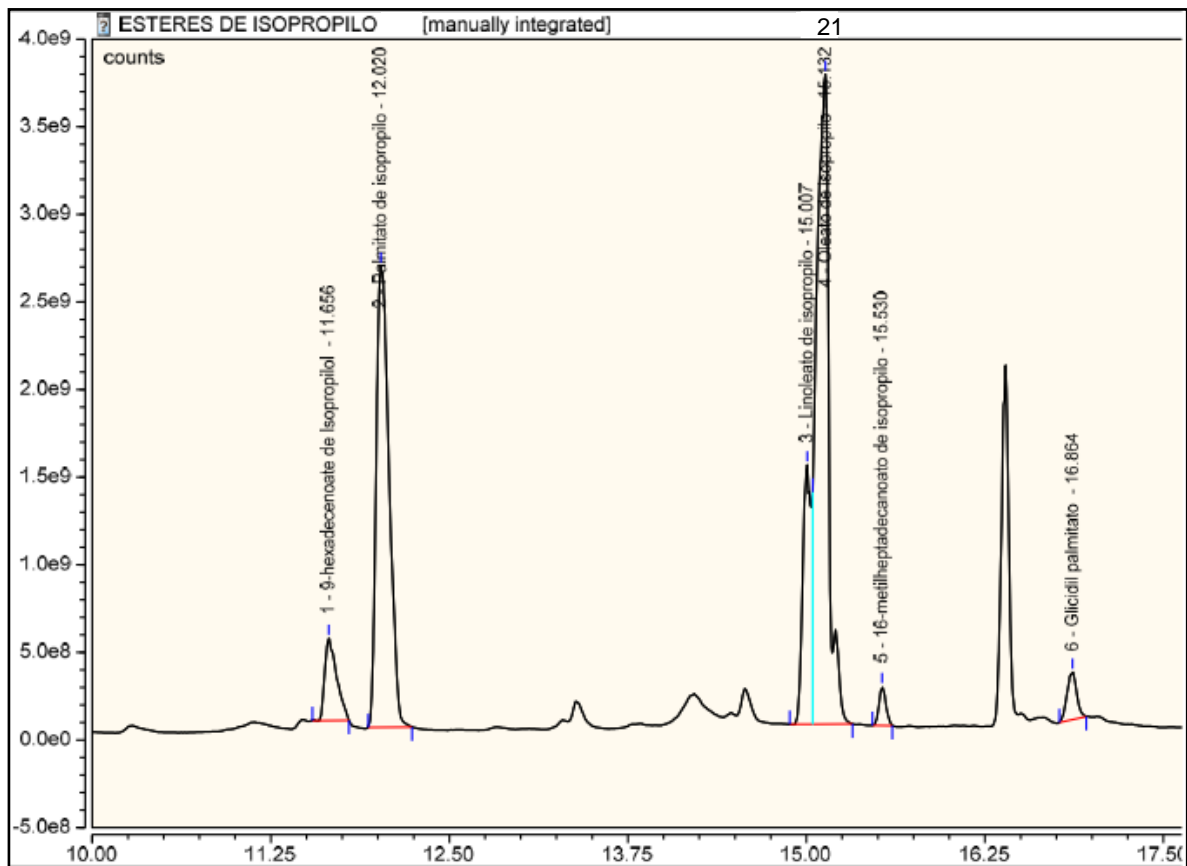
Muestra 20

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	18537409.024	199861880.218
2	12.00	Palmitato de isopropilo	BMB*	101442403.559	1191459201.821
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	28251424.942	452669592.305
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	160828277.013	2396158228.250
5	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	22395459.011	323402670.795
TOTAL:				331454973.55	4563551573.39



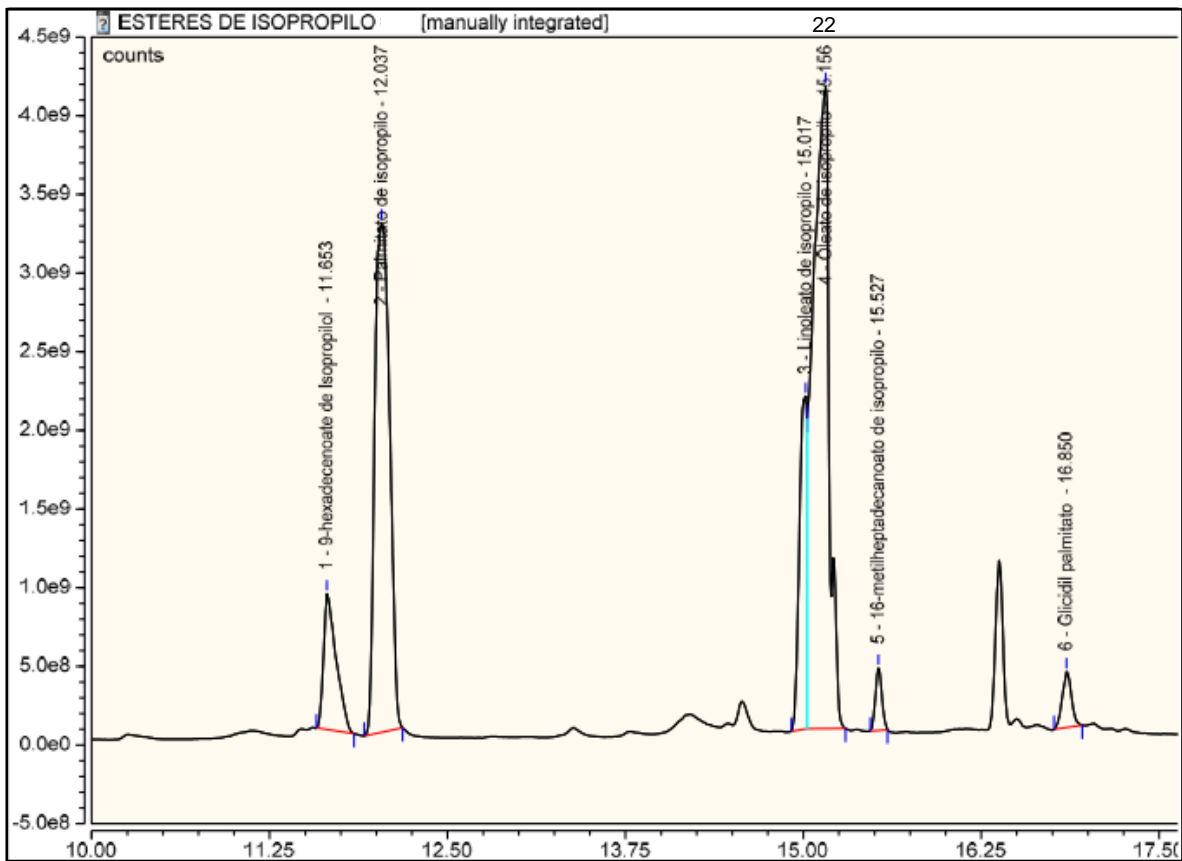
Muestra 21

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	45075319.946	468972530.219
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	275029957.557	2632298138.039
3	15.01	Linoleato de isopropilo	BM ^	104006146.119	1480236547.115
4	15.13	Oleato de isopropilo	MB*	370113898.262	3709865342.600
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	12350784.648	222228100.575
6	16.86	Glicidil palmitato	BMB*	21086100.954	270673929.900
TOTAL:				827662207.49	8784274588.45



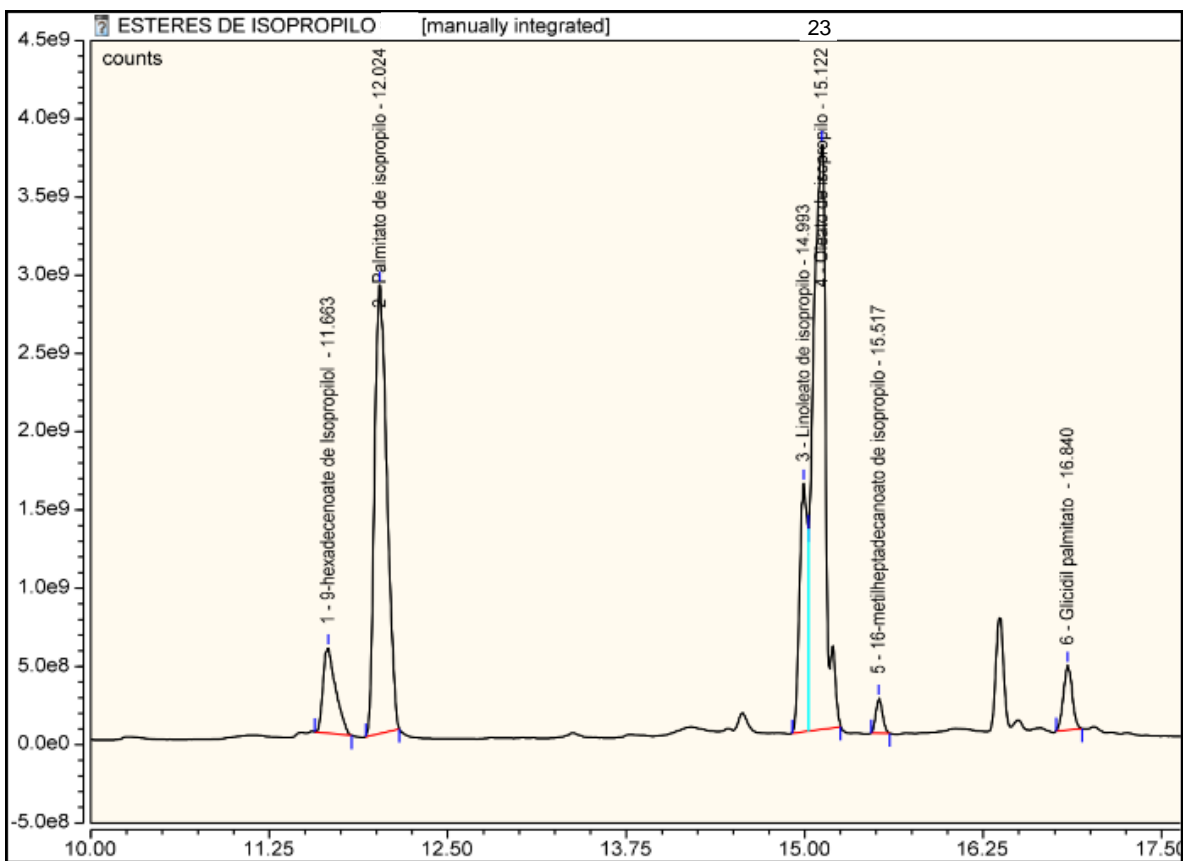
Muestra 22

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	88157548.320	862252580.398
2	12.04	Palmitato de isopropilo	BMB*	392533693.744	3238119208.793
3	15.02	Linoleato de isopropilo	BM *	127308913.731	2114529081.378
4	15.16	Oleato de isopropilo	MB*	545669049.626	4081963973.475
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	20795140.678	396263627.487
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	26602705.509	354243801.735
TOTAL:				1201067051.61	11047372273.27



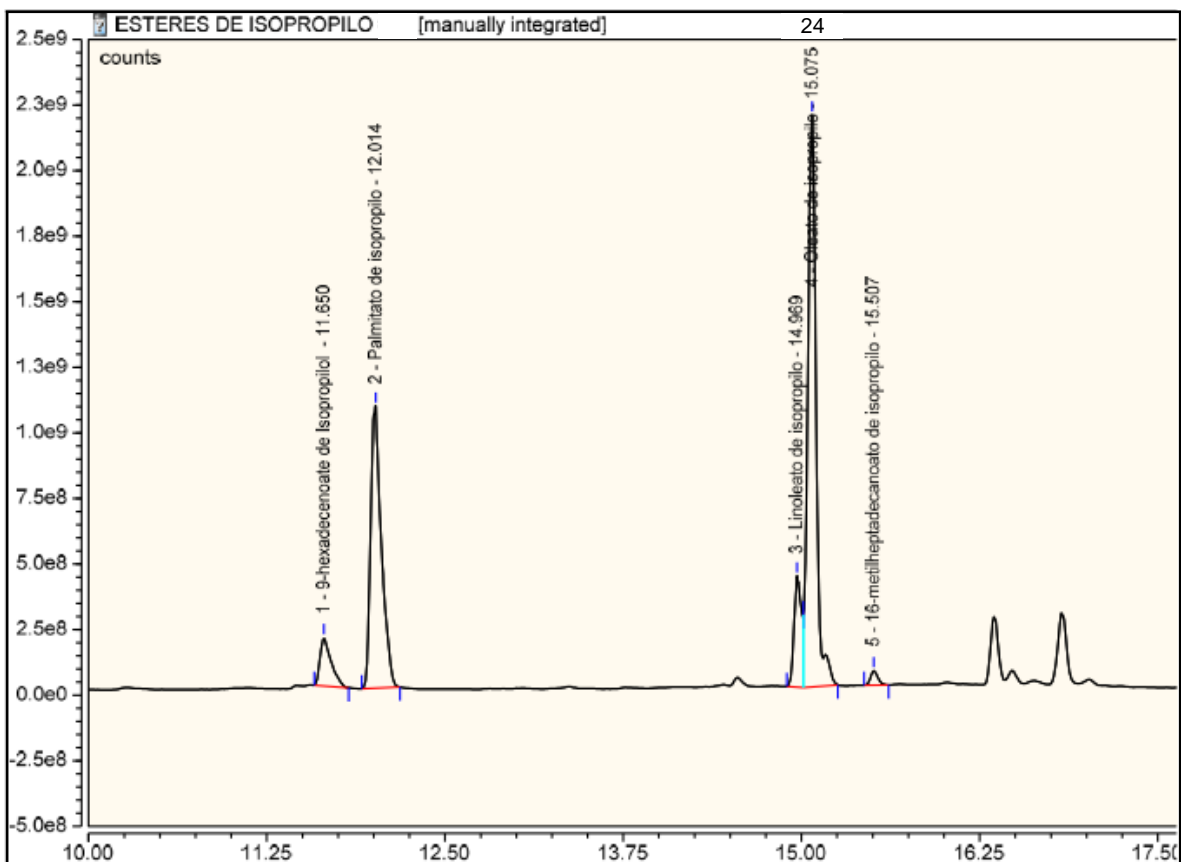
Muestra 23

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de isopropilol	BMB*	55647421.478	545617951.439
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	288318535.055	2867574801.856
3	14.99	Linoleato de isopropilo	BM ^	101887059.241	1587335226.290
4	15.12	Oleato de isopropilo	MB*	382071892.848	3736828237.171
5	15.52	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	12071241.850	224718319.849
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	29378917.786	413680136.128
TOTAL:				869375068.26	9375754672.73



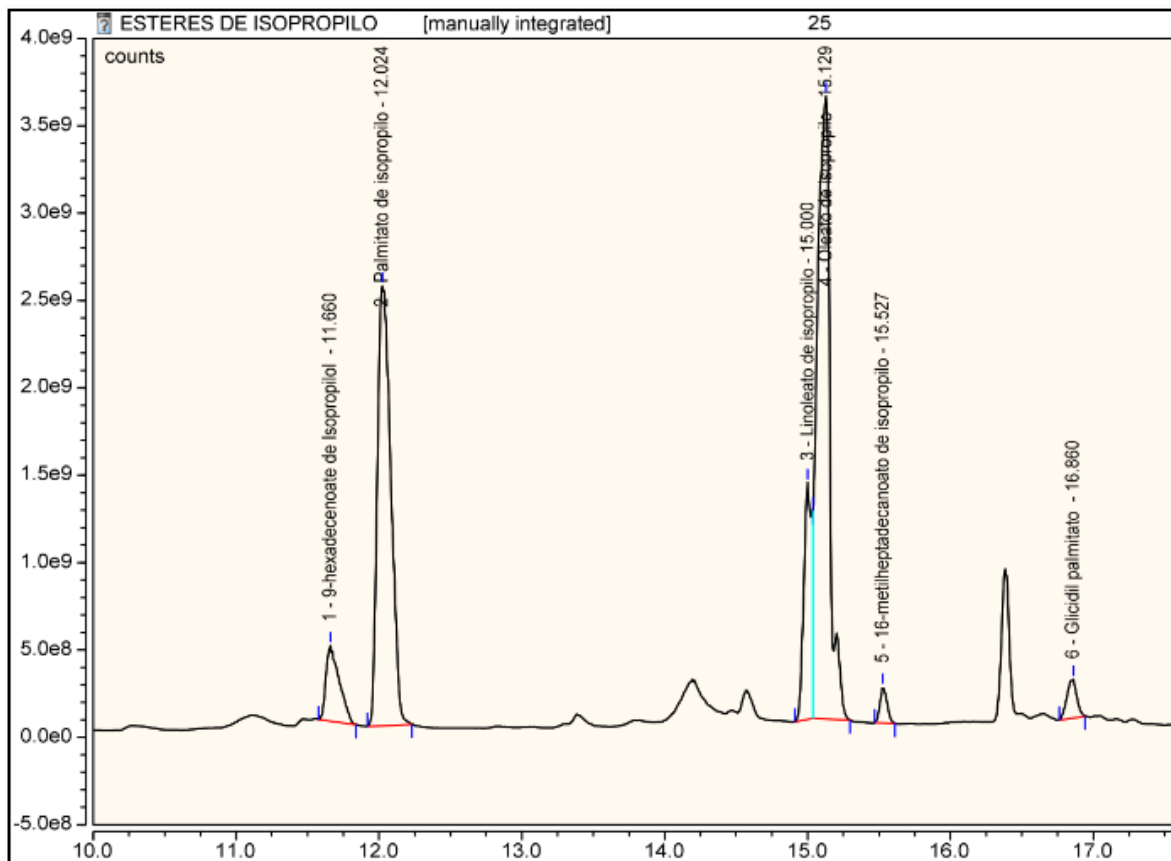
Muestra 24

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	16770975.459	184729831.121
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	93735600.067	1075166066.021
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	25336676.053	423506597.034
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	146930212.639	2180629819.188
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	3216097.465	55484588.508
TOTAL:				285989561.68	3919516901.87



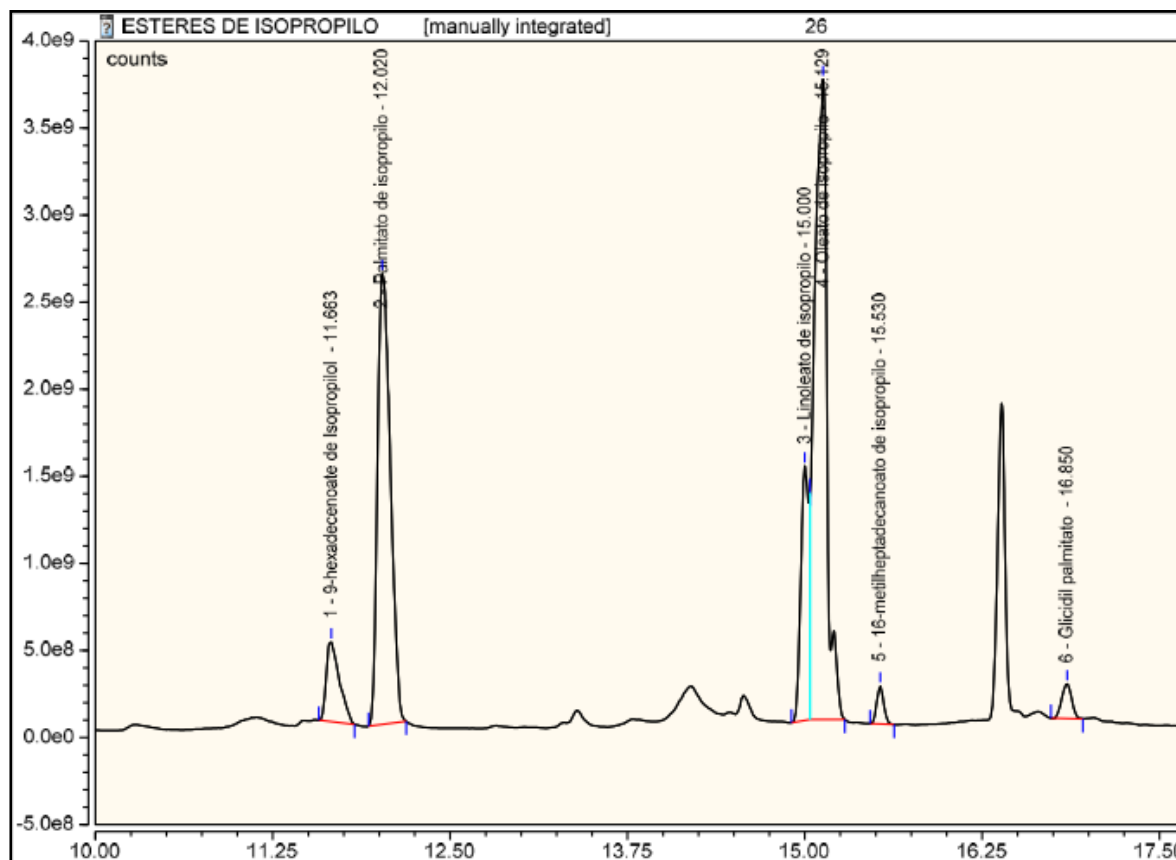
Muestra 25

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	46248280.534	432542413.594
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	274565595.033	2517976351.397
3	15.00	Linoleato de isopropilo	BM *	87071147.790	1354937871.711
4	15.13	Oleato de isopropilo	MB*	367141470.207	3564391019.446
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	11687379.147	207087647.907
6	16.86	Glicidil palmitato	BMB*	17782992.603	220625886.914
TOTAL:				804496865.31	8297561190.97



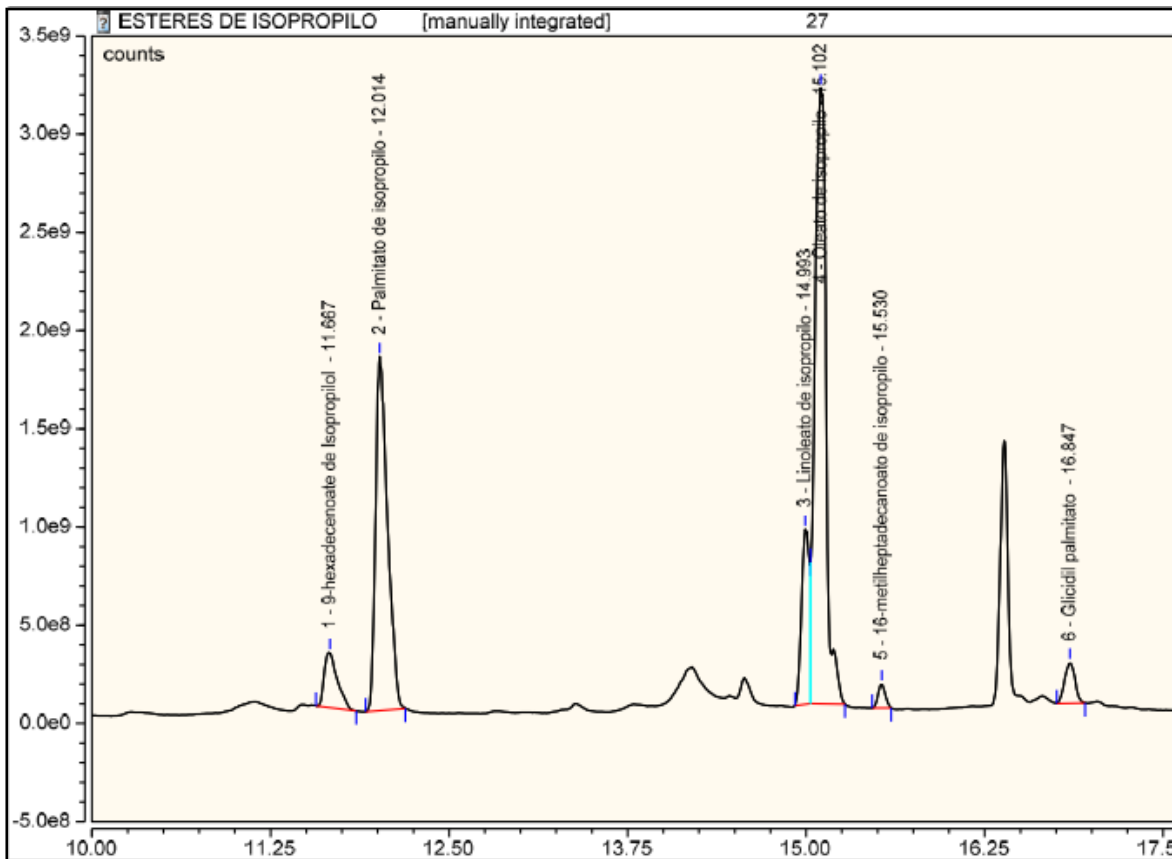
Muestra 26

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.66	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	48837037.521	458344285.312
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	271180024.945	2589831549.080
3	15.00	Linoleato de isopropilo	BM *	98099596.023	1461383670.264
4	15.13	Oleato de isopropilo	MB*	375816494.568	3676787019.069
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	12577782.612	218887268.640
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	16032405.160	198823982.883
TOTAL:				822543340.83	8604057775.25



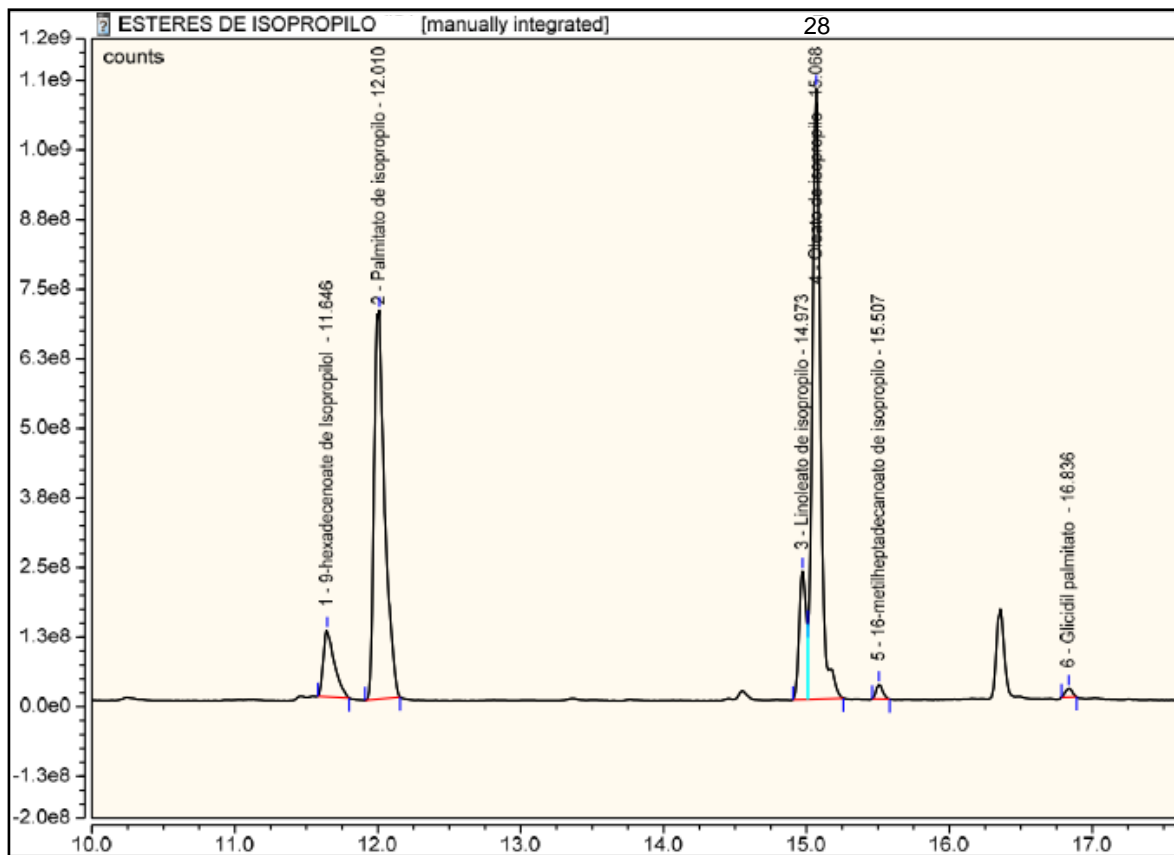
Muestra 27

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.67	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	29871233.998	280733057.762
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	174122321.076	1802411973.503
3	14.99	Linoleato de isopropilo	BM ^	56883185.007	890737191.448
4	15.10	Oleato de isopropilo	MB*	284648847.066	3135759701.443
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	7039572.175	123438498.096
6	16.85	Glicidil palmitato	BMB*	17243890.776	209286702.386
TOTAL:				569809050.10	6442367124.64



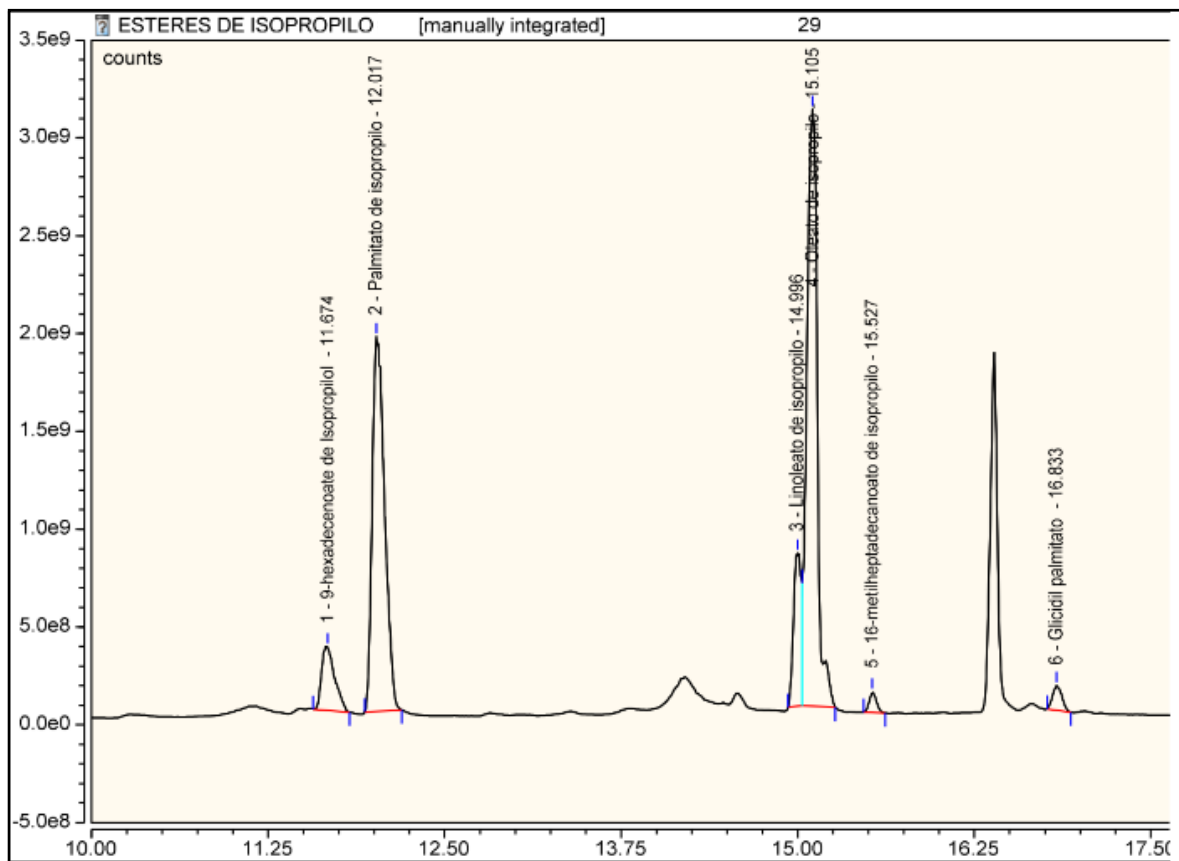
Muestra 28

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.65	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	10609436.203	118974089.308
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	60143503.760	698310191.431
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	13023191.434	230057355.987
4	15.07	Oleato de isopropilo	MB*	73020605.383	1097043662.620
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	1378091.425	25866157.373
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	898982.008	15580496.979
TOTAL:				159073810.21	2185831953.70



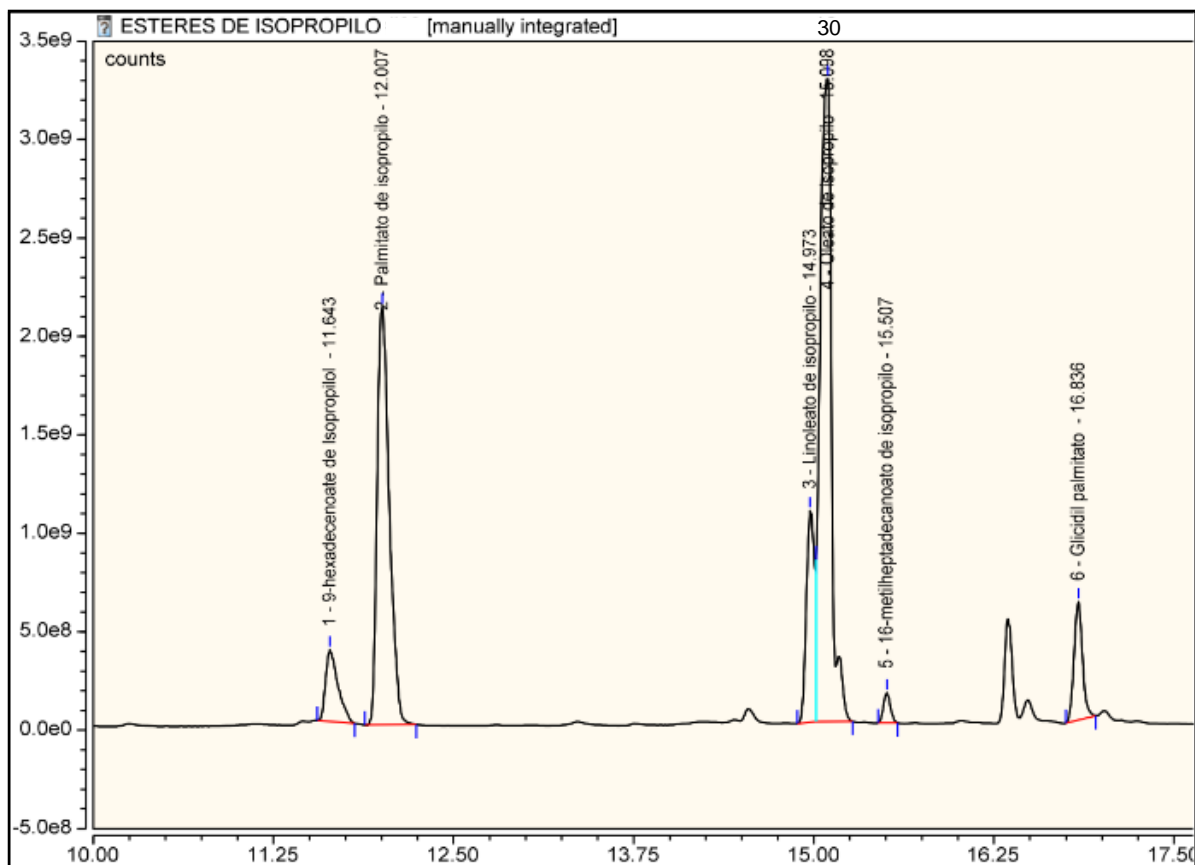
Muestra 29

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.67	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	35140196.719	326110770.438
2	12.02	Palmitato de isopropilo	BMB*	193420450.546	1916213692.200
3	15.00	Linoleato de isopropilo	BM *	48665547.946	782514073.176
4	15.11	Oleato de isopropilo	MB*	263183695.240	3050719237.491
5	15.53	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	6094677.915	105472908.827
6	16.83	Glicidil palmitato	BMB*	9631700.858	126994914.420
TOTAL:				556136269.22	6308025596.55



Muestra 30

No.	Time min	Peak Name	Peak Type	Area counts*min	Height counts
1	11.64	9-hexadecenoato de Isopropilol	BMB*	35802521.927	362530399.166
2	12.01	Palmitato de isopropilo	BMB*	207081179.553	2122327329.467
3	14.97	Linoleato de isopropilo	BM *	72293395.498	1074502936.263
4	15.10	Oleato de isopropilo	MB*	298885714.672	3264572764.929
5	15.51	16-metilheptadecanoato de isopropilo	BMB*	8487326.732	152351184.057
6	16.84	Glicidil palmitato	BMB*	40608876.074	601211409.251
TOTAL:				663159014.46	7577496023.13



11.12 CONCENTRACIONES DE PALMITATO DE ISOPROPILO EN LAS MUESTRAS

Tabla 26. Cuantificación de palmitato de isopropilo por uHPLC

Muestra	Área	Concentración sin dilución (%)	Concentración con factor de dilución (%)
1	1162509	0,35	13,84
2	495821	0,16	6,34
3	1129714	0,34	13,47
4	736159	0,23	9,04
5	412465	0,13	5,40
6	156473	0,06	2,52
7	81904	0,04	1,68
8	177575	0,07	2,75
9	90565	0,04	1,77
10	2149788	0,62	24,96
11	51544	0,03	1,34
12	1610941	0,47	18,89
13	745769	0,23	9,15
14	1674315	0,49	19,61
15	89894	0,04	1,77
16	973300	0,29	11,71
17	1022582	0,31	12,27
18	1768981	0,52	20,67
19	311010	0,11	4,26
20	665708	0,21	8,25
21	1000478	0,30	12,02
22	2524925	0,73	29,18
23	1667103	0,49	19,53
24	196566	0,07	2,97
25	2343616	0,68	27,14
26	1184400	0,35	14,09
27	972376	0,29	11,70
28	423446	0,14	5,52
29	844899	0,26	10,27
30	548593	0,17	6,93

Nota: el factor de dilución es 40 (10000µL/250µL).

Tabla 27. Cuantificación de palmitato de isopropilo por GC.

Muestra	Área	Concentración sin dilución (%)	Concentración con dilución (%)
1	177405233,6	0,458	9,166
2	48131299,99	0,110	2,199
3	130475099,341	0,332	6,637
4	103809913,250	0,260	5,200
5	94193002,277	0,234	4,682
6	55350675,622	0,129	2,588
7	42810364,440	0,096	1,913
8	89124530,451	0,220	4,409
9	58937016,97	0,139	2,782
10	304171069,464	0,800	15,998
11	65346230,580	0,156	3,127
12	241110384,658	0,630	12,600
13	97775642,820	0,244	4,875
14	236661971,674	0,721	14,428
15	56569493,226	0,133	2,654
16	46719567,963	0,106	2,123
17	113311388,551	0,286	5,712
18	275029957,557	0,538	10,766
19	82349210,913	0,202	4,043
20	101442403,559	0,254	5,072
21	207081179,553	0,618	12,360
22	392533693,744	1,038	20,760
23	288318535,055	0,757	15,144
24	93735600,067	0,233	4,657
25	274565595	0,720	14,403
26	271180024,945	0,711	14,220
27	174122321,1	0,449	8,989
28	60143503,760	0,142	2,847
29	193420450,5	0,501	10,029
30	127683155,254	0,324	6,487

Notas:

1. El factor de dilución es 25 (10000 μ L/400 μ L).

2. Las muestras 2,6,7, 9, 15, y 16 no superan el límite de cuantificación (LOQ) de la curva, por lo que se considera concentraciones aproximadas.

11.13 ESPECTROS DE MASAS DE ÉSTERES DE ISOPROPILO

ESPECTRO DE PALMITATO DE ISOPROPILO

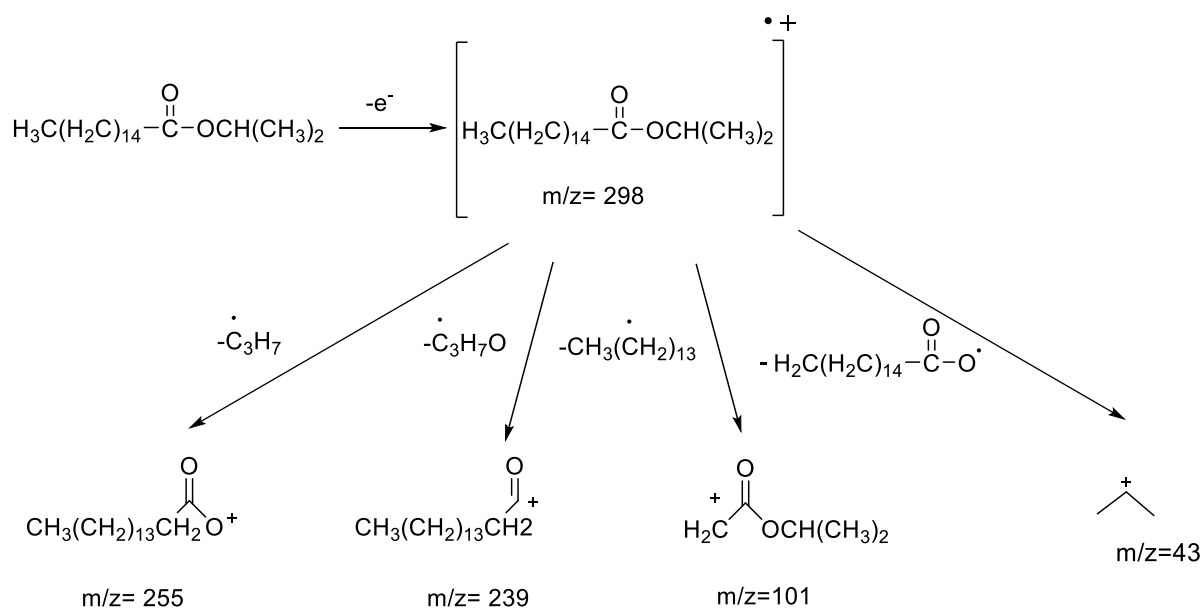
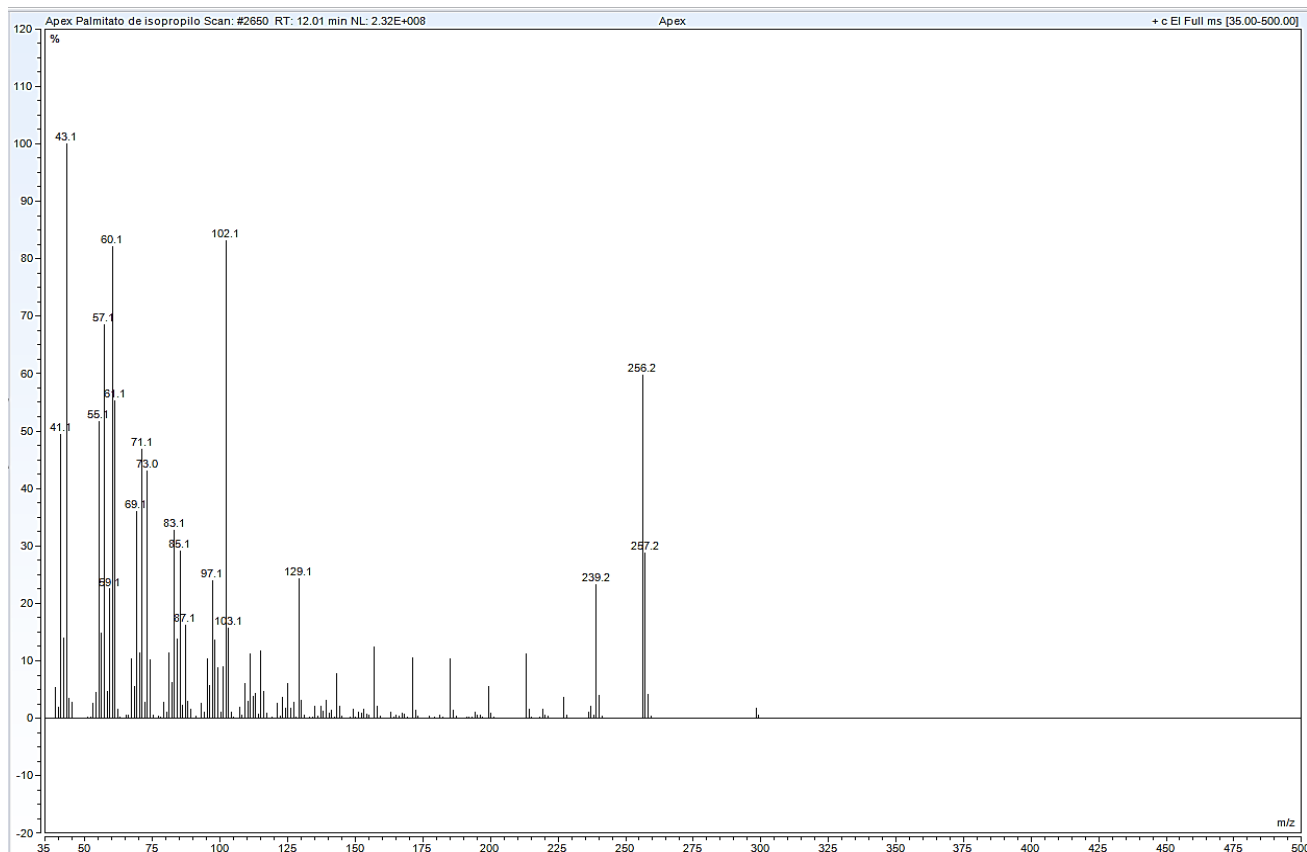


Figura 34. Patrón de fragmentación del palmitato de isopropilo.

ESPECTRO DE 9-HEXADECENOATO DE ISOPROPILO (PALMITOLEATO DE ISOPROPILO)

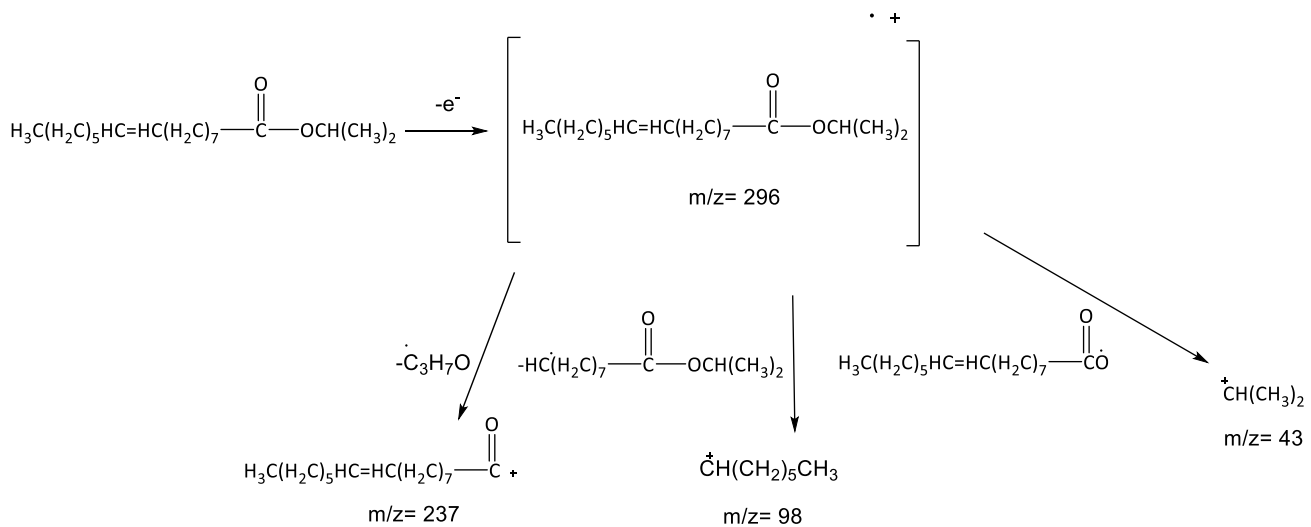
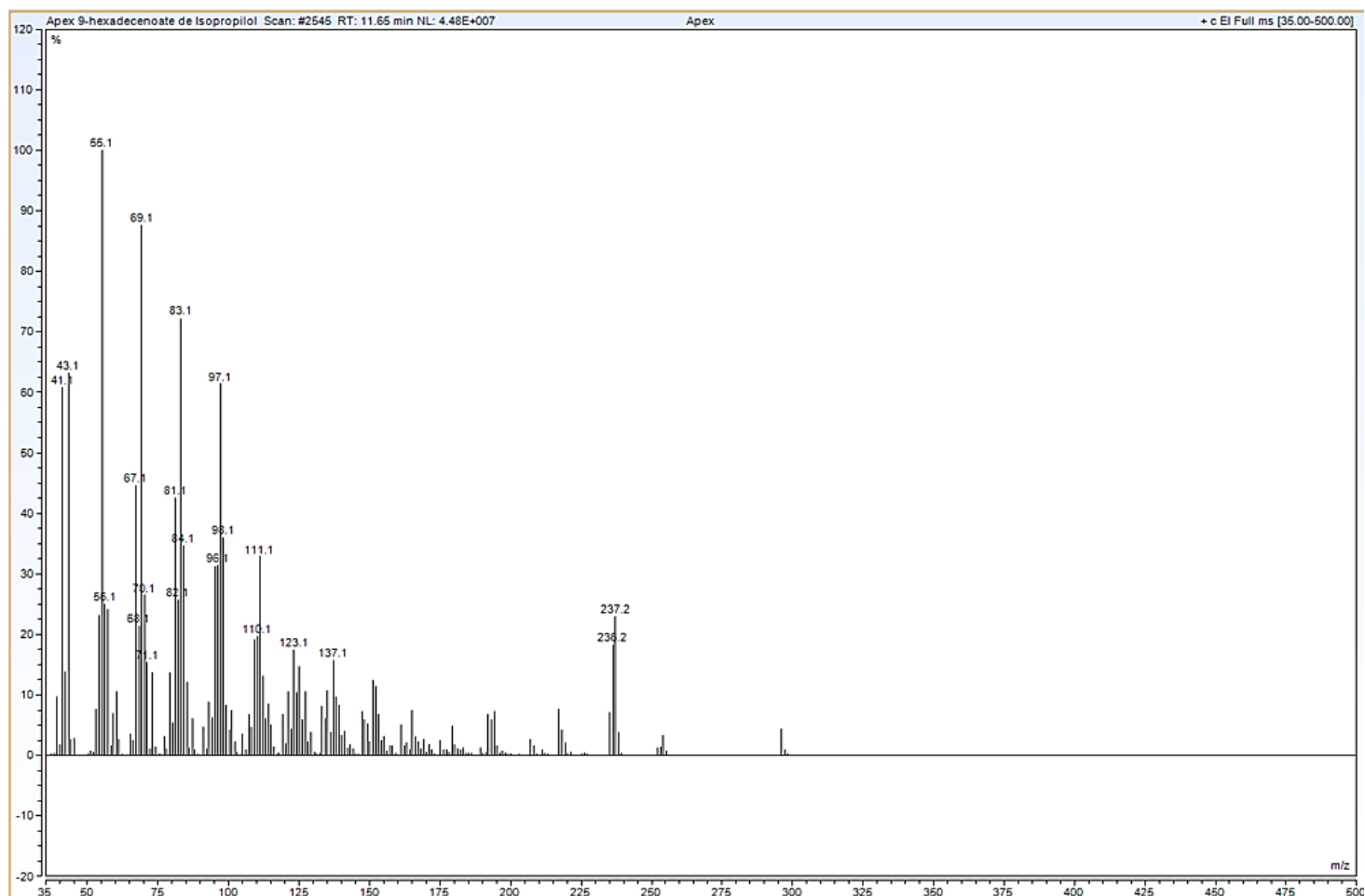


Figura 35. Patrón de fragmentación del palmitoleato de isopropilo.

ESPECTRO DE OLEATO DE ISOPROPILO

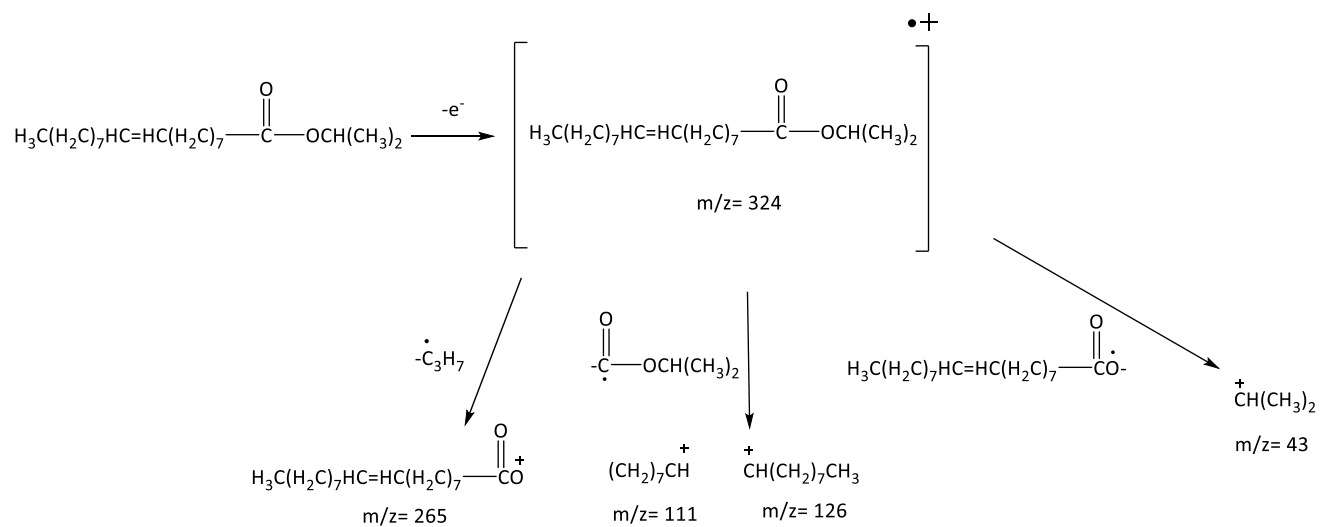
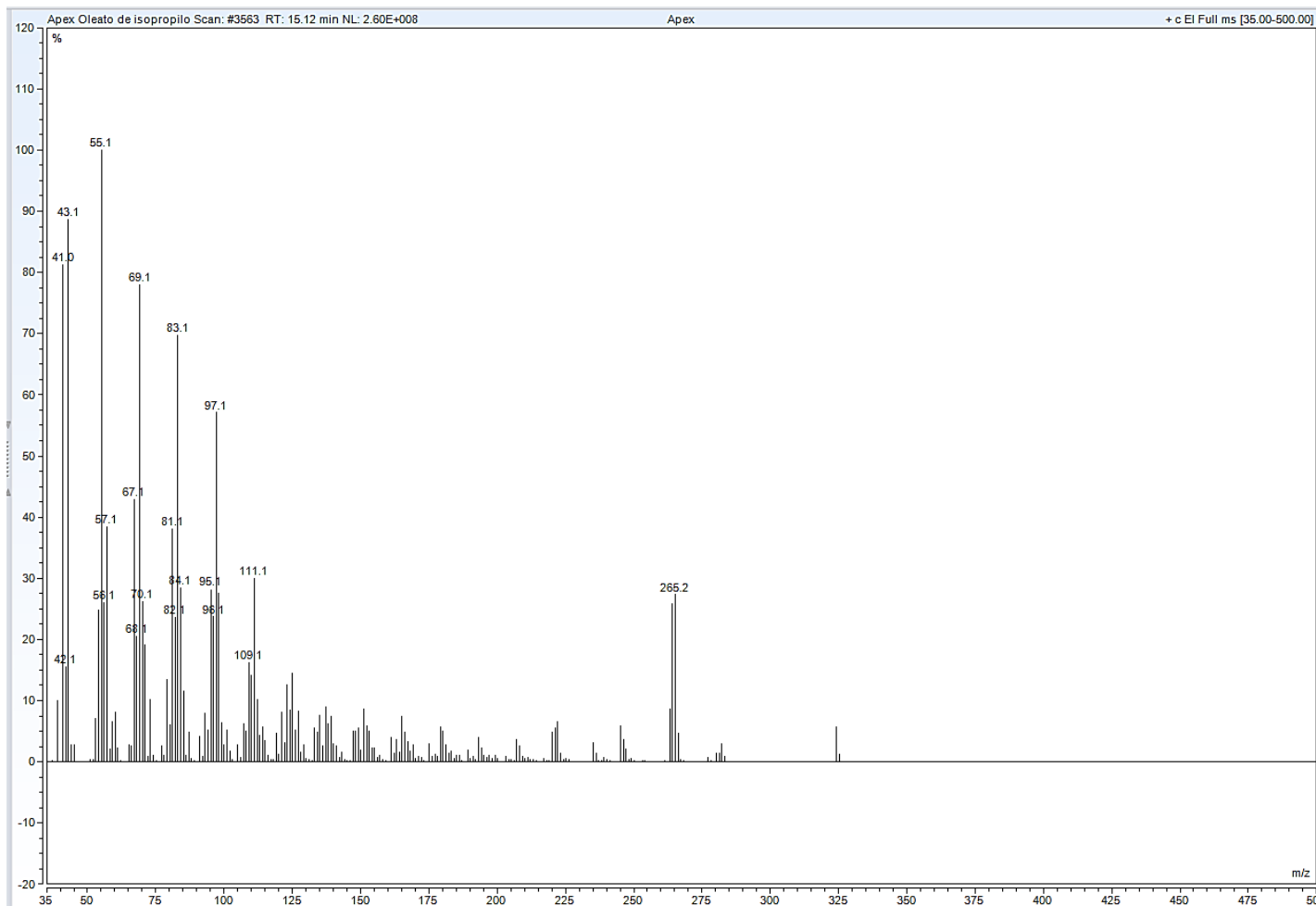


Figura 36. Patrón de fragmentación del oleato de isopropilo.

ESPECTRO DE LINOLEATO DE ISOPROPILO

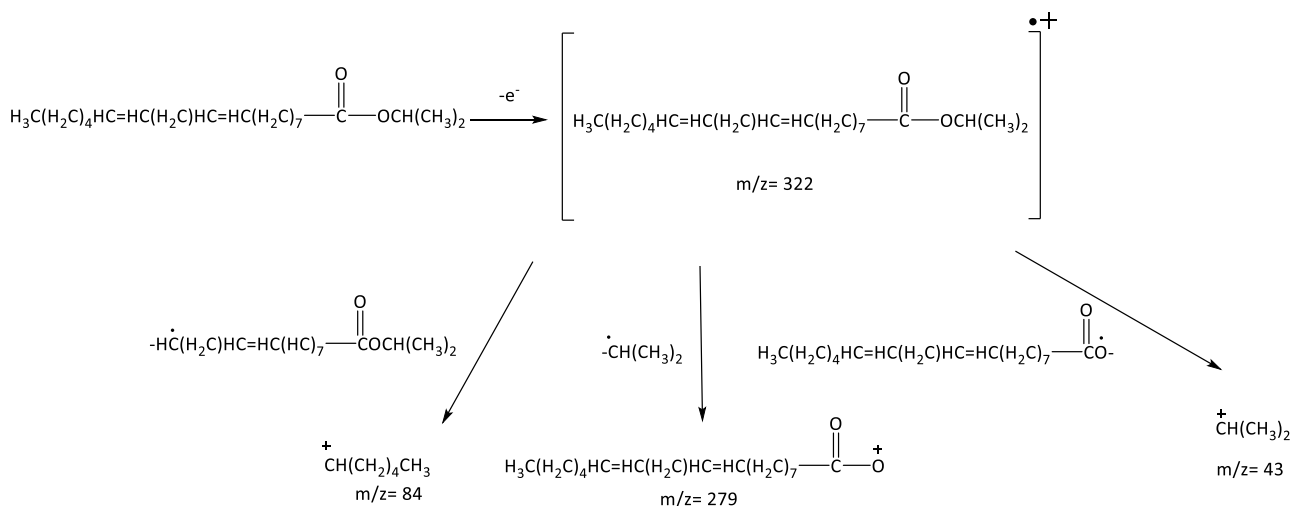
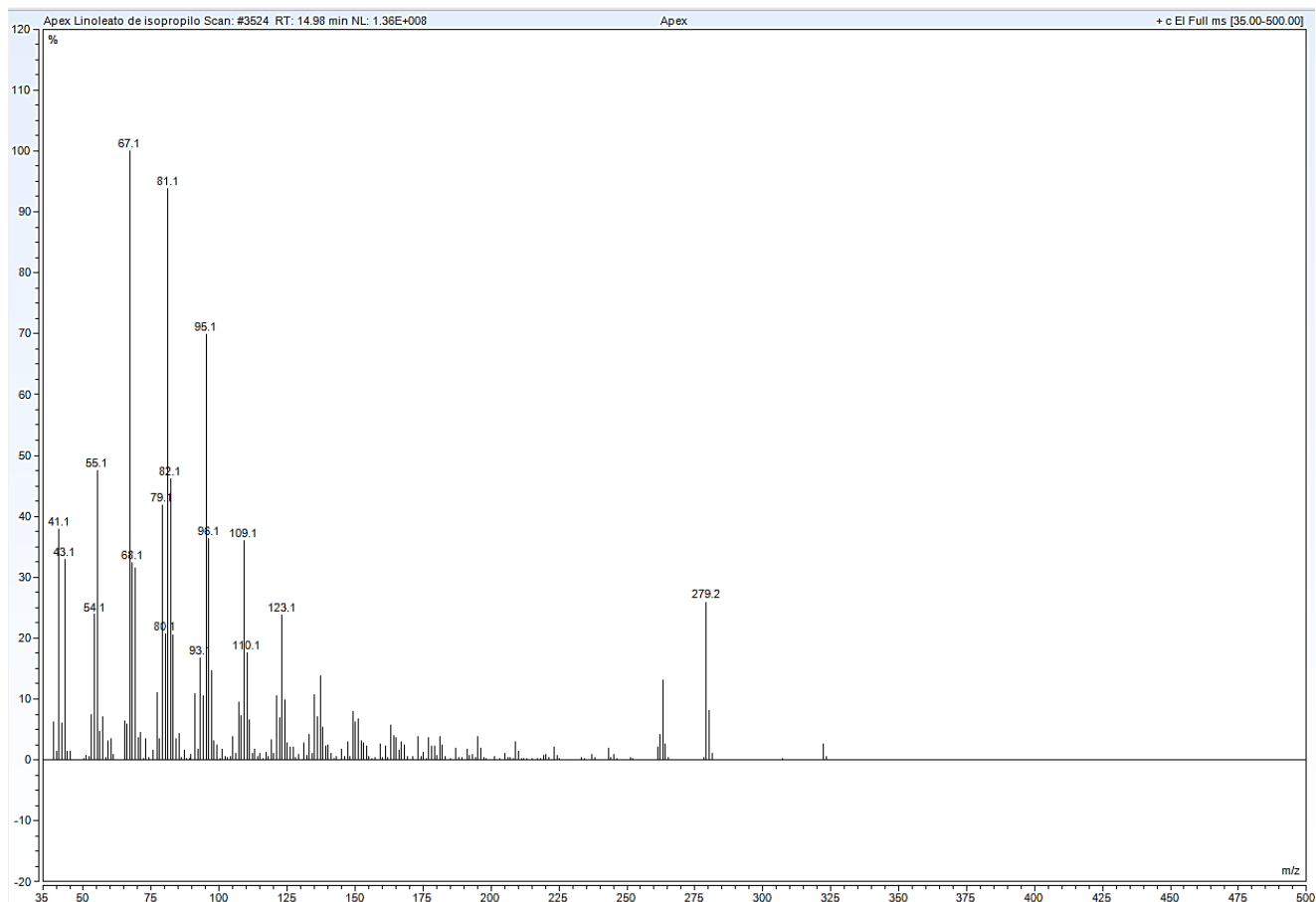


Figura 37. Patrón de fragmentación del linoleato de isopropilo.

11.14 COMPARACIÓN Y RELACIÓN DE SEÑALES DE ÉSTERES DE ISOPROPILO POR CROMATOGRFÍA DE GASES (GC)

Tabla 28. Comparación de señales de ésteres de isopropilo por cromatografía de gases (GC).

Muestras	Palmitato	Oleato	Linoleato	Palmitoleato
1	177405233,552	262757692,988	54250775,111	30469022,647
2	48131299,990	66860235,805	10802907,640	8823740,096
3	130475099,341	148263134,161	33463850,023	21656775,417
4	103809913,250	158538561,207	30879166,917	16327694,563
5	94193002,277	126153148,626	21760992,384	12689906,912
6	55350675,622	72888514,656	13182493,056	9113226,447
7	42810364,440	66065899,201	10702642,025	7384036,663
8	89124530,451	105932731,228	21067231,759	15287301,399
9	58937016,968	88649204,534	14639540,365	10608864,257
10	304171069,464	388040001,195	102402461,035	59654170,369
11	65346230,580	92926376,705	14109503,838	12104495,413
12	241110384,658	315674292,015	69095128,876	42597434,605
13	97775642,820	146933363,852	27129240,041	16327950,963
14	207081179,553	370113898,262	104006146,119	45075319,946
15	56569493,226	71556670,859	12813837,706	10862007,256
16	46719567,963	59944802,199	9945315,193	8449179,845
17	113311388,551	174219463,943	28259079,670	20912974,206
18	275029957,557	192164049,962	34177475,608	22462052,069
19	82349210,913	132151389,150	22699762,144	14962113,667
20	101442403,559	160828277,013	28251424,942	18537409,024
21	236661971,674	346884004,024	83744285,628	42237387,061
22	392533693,744	545669049,626	127308913,731	88157548,320
23	288318535,055	382071892,848	101887059,241	55647421,478
24	93735600,067	146930212,639	25336676,053	16770975,459
25	274565595,033	367141470,207	87071147,790	46248280,534
26	271180024,945	375816494,568	98099596,023	48837037,521
27	174122321,076	284648847,066	56883185,007	29871233,998
28	60143503,76	73020605,38	13023191,43	10609436,2
29	193420450,546	263183695,240	48665547,946	35140196,719
30	127683155,254	298885714,672	72293395,498	35802521,927

Tabla 29. Relación de señales de ésteres de isopropilo por cromatografía de gases.

Oleato /Palmitato	Palmitato/ Linoleato	Palmitato/Palmitoleato
1,48	3,27	5,8
1,39	4,46	5,5
1,14	3,90	6,0
1,53	3,36	6,4
1,34	4,33	7,4
1,32	4,20	6,1
1,54	4,00	5,8
1,19	4,23	5,8
1,50	4,03	5,6
1,28	2,97	5,1
1,42	4,63	5,4
1,31	3,49	5,7
1,50	3,60	6,0
1,47	2,83	5,6
1,26	4,41	5,2
1,28	4,70	5,5
1,54	4,01	5,4
0,70	8,05	12,2
1,60	3,63	5,5
1,59	3,59	5,5
1,79	1,99	4,6
1,39	3,08	4,5
1,33	2,83	5,2
1,57	3,70	5,6
1,34	3,15	5,9
1,39	2,76	5,6
1,63	3,06	5,8
1,21	4,62	5,7
1,36	3,97	5,5
2,34	1,77	3,6
$\bar{X} = 1,42$	$\bar{X} = 3,75$	$\bar{X} = 5,78$