

**EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES PRESENTES EN LA CÁSCARA DE PAPA
MEDIANTE EL MÉTODO DE EXTRACCIÓN SOXHLET A NIVEL DE
LABORATORIO**

**SOFIA IBARRA IBARRA
LAURA SOFIA CERQUERA BURITICA**

Proyecto integral de grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Director

**JAIME EDUARDO ARTURO CALVACHE
M. Sc. Ingeniero Químico**

Codirector

**CESAR AUGUSTO SÁNCHEZ CORREA
PhD. M. Sc. Ingeniero Químico**

**FUNDACIÓN UNIVERSIDAD DE AMÉRICA
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA QUÍMICA
BOGOTÁ D.C.**

2022

NOTA DE ACEPTACIÓN

Jaime Arturo Calvache
Director

Presidente Jurado

Juan Andrés Sandoval
Jurado

Diana Marcela Cuesta
Jurado

Bogotá, D.C. agosto de 2022

DIRECTIVOS DE LA UNIVERSIDAD

Presidente Institucional de la Universidad y Rector del Claustro

Dr. Mario Posada García-Peña

Consejero Institucional

Dr. Luis Jaime Posada García-Peña

Vicerrectora Académica y de Investigaciones

Dra. Alexandra Mejía Guzmán

Vicerrector Administrativo y Financiero

Dr. Ricardo Alfonso Peñaranda Castro

Secretario General

Dr. José Luis Macías Rodríguez

Decana Facultad de Ingenierías

Dra. Naliny Patricia Guerra Prieto

Directora Programa de Ingeniería Química

Ing. Nubia Liliana Becerra Ospina

DEDICATORIA

Dedicamos principalmente este trabajo a Dios, a nuestros padres, y hermanos por siempre estar presentes en cada paso de nuestras vidas apoyándonos y siendo ese pilar principal que nos guía para alcanzar nuestras metas, queremos dedicarles todo nuestro agradecimiento por ser quienes nos han acompañado en cada logro, aconsejarnos y llenarnos de energía positiva para cada proyecto que realicemos. Gracias por llenarnos de mil razones para superarnos a nosotras mismas y demostrar que con esfuerzo y dedicación podemos alcanzar aquellos proyectos que nos hemos propuesto a futuro. Son nuestro motor en la vida y esta etapa que culminamos nos ha demostrado que su apoyo es y será incondicional y que con perseverancia seremos las mejores.

Sofia Ibarra Ibarra
Laura Sofia Cerquera Buritica

AGRADECIMIENTOS

A nuestros padres, Melida, Ingrid, Jorge y Jaime, también a nuestros hermanos María Luisa y Julián; por siempre creer en nuestras capacidades, con su apoyo y amor incondicional logramos culminar una de nuestras metas profesionales. A Jaime Arturo Calvache que nos brindó su ayuda, sus consejos y su mejor actitud para el desarrollo de este proyecto, así mismo a nuestro codirector. A Felipe Correa, por compartirnos sus conocimientos y al estar siempre dispuesto a resolver cualquier inquietud que se presentaba. Al grupo de investigación en Procesos de Separación no Convencionales GPS, por permitirnos ser parte de él. A Yenny Hernández coordinadora de los laboratorios y su personal, quien no solo nos colaboró en la parte experimental, sino que nos motivó a seguir adelante cuando se presentaba algún inconveniente en la realización del trabajo.

Finalmente agradecemos mutuamente, porque con dedicación, compromiso y esfuerzo de las dos logramos concluir el trabajo de grado.

**Sofia Ibarra Ibarra
Laura Sofia Cerquera Buritica**

Las directivas de la Universidad de América, los jurados calificadores y el cuerpo docente no son responsables por los criterios e ideas expuestas en el presente documento. Estos corresponden únicamente a los autores.

TABLA DE CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	17
1. OBJETIVOS	18
1.1 Objetivo general	18
1.2 Objetivos específicos	18
2. MARCO TEÓRICO	19
2.1 La papa	19
2.1.1 <i>Generalidades de la papa</i>	19
2.1.2 <i>Cáscara de papa</i>	20
2.1.3 <i>Variedades de papa</i>	20
2.1.4 <i>Producción de la papa en Colombia</i>	22
2.1.5 <i>La papa como residuo</i>	23
2.2 Antioxidantes	24
2.2.1 <i>Función</i>	25
2.2.2 <i>Determinación de la actividad antioxidante</i>	25
2.3 Polifenoles	26
2.3.1 <i>Cuantificación de polifenoles</i>	27
2.4 Extracción sólido - líquido	29
2.4.1 <i>Usos de la extracción</i>	29
2.4.2 <i>Extracción por el método Soxhlet</i>	29
2.4.3 <i>Métodos alternativos de la extracción sólido - líquido</i>	31
3. SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO GÁLICO EN LA MEZCLA DE SOLVENTES ETANOL-AGUA	33
3.1 ¿Qué es la solubilidad?	33
3.2 Clasificación de las soluciones	33

3.2.1	<i>Saturadas</i>	33
3.2.2	<i>Insaturadas</i>	33
3.2.3	<i>Sobresaturadas</i>	33
3.3	Factores que afectan la solubilidad	34
3.3.1	<i>Temperatura</i>	34
3.3.2	<i>Presión</i>	34
3.3.3	<i>Naturaleza del soluto y el solvente</i>	35
3.3.4	<i>Agitación</i>	35
3.4	Determinación de la solubilidad	35
4.	EXTRACCIÓN POR EL MÉTODO SOXHLET	41
4.1	Definición	41
4.2	Procedimiento	42
4.2.1	<i>Agregar el solvente al balón</i>	42
4.2.2	<i>Solventes a utilizar</i>	43
4.2.3	<i>Calentamiento</i>	44
4.2.4	<i>Refrigeración</i>	44
4.2.5	<i>Operación de extracción</i>	45
4.2.6	<i>Culminación de la operación</i>	45
4.2.7	<i>Procedimiento paso a paso del montaje del equipo Soxhlet</i>	46
4.3	Ventajas y desventajas del método	48
4.3.1	<i>Ventajas</i>	48
4.3.2	<i>Desventajas</i>	48
4.4	Factores que afectan la velocidad de extracción	48
4.4.1	<i>Tamaño de las partículas sólidas</i>	48
4.4.2	<i>Naturaleza del solvente</i>	49

4.4.3	<i>Temperatura</i>	49
4.4.4	<i>Agitación del fluido</i>	49
4.5	Solventes en la extracción Soxhlet	49
4.5.1	<i>Clasificación de los solventes</i>	49
4.5.2	<i>Propiedades de los solventes</i>	51
4.5.3	<i>Solventes industriales</i>	52
4.6	Destilación	53
4.6.1	<i>En qué consiste la destilación</i>	54
4.6.2	<i>Tipos de destilación</i>	56
4.7	Montaje de la destilación simple	57
5.	EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES POR EL MÉTODO SOXHLET A NIVEL DE LABORATORIO	61
5.1	Reactivos y equipos usados en la extracción de los polifenoles presentes en la cáscara de papa	61
5.1.1	<i>Reactivos</i>	61
5.1.2	<i>Equipos</i>	63
5.2	Extracción de los polifenoles presentes en la cáscara de papa a nivel de laboratorio	64
5.3	Variación de la temperatura y el tiempo en la extracción Soxhlet	70
5.4	Curvas de destilación	70
5.5	Prueba Folin – Ciocalteu	73
5.5.1	<i>Curva de calibración del ácido gálico</i>	73
5.5.2	<i>Cantidad de polifenoles presentes en cada muestra</i>	79
5.6	Diagrama de cajas y bigotes	84
6.	DISEÑO DE EXPERIMENTOS	91
6.1	Definición	91

6.2	Objetivo	91
6.3	Metodología	91
6.4	¿Por qué se realiza?	92
6.5	Desarrollo del diseño de experimentos	92
7.	MODELO MATEMÁTICO DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN SOXHLET	95
7.1	Definición	95
7.2	¿Para qué sirve?	95
7.3	Modelo matemático de la extracción Soxhlet	95
<i>7.3.1</i>	<i>Suposiciones:</i>	<i>96</i>
<i>7.3.2</i>	<i>Volumen de control</i>	<i>96</i>
<i>7.3.3</i>	<i>Desarrollo del modelo matemático básico</i>	<i>97</i>
8.	ANÁLISIS DE RESULTADOS	104
9.	CONCLUSIONES	106
10.	RECOMENDACIONES	108
	BIBLIOGRAFÍA	109

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Producción (Ton) Anual De Papa En Colombia 2010–2020	22
Figura 2.Ácido gálico	26
Figura 3. Mecanismo de acción del reactivo de Folin - Ciocalteu.	28
Figura 4. Método de extracción Soxhlet, montaje	30
Figura 5. Clasificación de las soluciones	34
Figura 6. Solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol con variación de temperaturas	37
Figura 7. Esquema de la extracción Soxhlet	41
Figura 8. Solvente a utilizar en la extracción Soxhlet (Etanol 96%)	43
Figura 9. Método de calentamiento utilizado para la extracción Soxhlet	44
Figura 10. Obtención de los polifenoles, agua y solvente (etanol) por método de extracción Soxhlet	46
Figura 11. Montaje de extracción por el método Soxhlet	47
Figura 12. Clasificación de los solventes según su polaridad	50
Figura 13. Montaje para la destilación simple de las muestras extraídas por el método Soxhlet	54
Figura 14. Elementos que conforman el proceso de destilación simple	55
Figura 15. Muestra obtenida en la extracción por el método Soxhlet; esta será usada en el proceso de destilación simple.	57
Figura 16. Receptor fijo (T) del montaje de destilación simple	58
Figura 17. Condensador del montaje de destilación simple	58
Figura 18. Vaso de precipitados recolector del solvente destilado	59
Figura 19. Mezcla de polifenoles y solventes obtenida de la destilación simple	59
Figura 20. Almacenamiento de la muestra destilada	60
Figura 21. Secador Binder ED 53	64
Figura 22. Molino de martillo modelo YC90L-2	64
Figura 23. Muestras obtenidas en el proceso de extracción Soxhlet	65
Figura 24. Montaje de extracción Soxhlet	67
Figura 25. Montaje de destilación simple	69

Figura 26. Muestra obtenida del proceso de destilación	69
Figura 27. Variación de la temperatura respecto al tiempo	70
Figura 28. Curva de destilación de la muestra	71
Figura 29. Curva de destilación de la muestra 2	71
Figura 30. Curva de destilación de la muestra 3	72
Figura 31. Curva de destilación de la muestra 4	72
Figura 32. Baño termostataado Memmert W200	73
Figura 33. Balanza analítica usada para pesar 100,500 mg de ácido gálico	75
Figura 34. Muestras de ácido gálico al 20%, 40%, 60%, 80% y 100% a partir de la solución madre	76
Figura 35. Preparación tubos de ensayo para ser llevados al baño termostataado	77
Figura 36. Muestras después de salir del baño termostataado	77
Figura 37. Espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30	78
Figura 38. Muestras usadas para medir la absorbancia en el espectrofotómetro	78
Figura 39. Curva de calibración del ácido gálico	79
Figura 40. Barrido espectral del ácido gálico	81
Figura 41. Diagrama de cajas y bigotes etanol al 96%	84
Figura 42. Diagrama de cajas y bigotes etanol al 80%	85
Figura 43. Diagrama de cajas y bigotes etanol al 65%	86
Figura 44. Diagrama de cajas y bigotes etanol al 50%	87
Figura 45. Diagrama de cajas y bigotes etanol al 46%	88
Figura 46. Diagrama de cajas y bigotes a diferentes concentraciones de solvente	89
Figura 47. Diagrama de cajas y bigotes diferentes relaciones soluto solvente	90
Figura 48. Volumen de control del extractor Soxhlet para el modelo matemático	96
Figura 49. Cambio de concentración a lo largo de la extracción Soxhlet	97
Figura 50. Volumen de control del balance de moles del cartucho	98
Figura 51. Extracto total de los polifenoles presentes en la cáscara de papa pastusa	103

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Cálculos sistemas de información de estudios económicos de la papa en Colombia	23
Tabla 2. Composición de los residuos de la papa	24
Tabla 3. Parámetros constantes usados en la ecuación 1	36
Tabla 4. Constantes B₀, B₁, B₂, B₃, B₄, B₅	36
Tabla 5. Solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol	37
Tabla 6. Recopilación bibliográfica de los resultados experimentales de extracción de polifenoles	39
Tabla 7. Ficha de seguridad del agua desionizada	61
Tabla 8. Ficha de seguridad del Etanol 96% v/v	62
Tabla 9. Ficha de seguridad del ácido gálico anhidro	62
Tabla 10. Ficha de seguridad del carbonato de sodio $\geq 99,5\%$	63
Tabla 11. Equipos utilizados en el proceso de extracción Soxhlet	63
Tabla 12. Peso de las bandejas con las cáscaras de papa antes y después de pasar por el secador con su respectiva humedad	65
Tabla 13. Extracción por el método Soxhlet con diferentes concentraciones de solvente y variando la relación entre la muestra y el solvente	66
Tabla 14. Datos obtenidos de la extracción Soxhlet	68
Tabla 15. Volumen de las diluciones de ácido gálico a partir de la solución madre	74
Tabla 16. Resultados de la extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los datos se encuentran en unidades de mgAGE/100g de cáscara de papa seca	82
Tabla 17. Diseño experimental del proceso de extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los resultados se encuentran en unidades de mgAGE/L	93
Tabla 18. Análisis de varianza ANOVA	94
Tabla 19. Resultados calculados y experimentales del modelo matemático	102

ABREVIATURAS

ABTS	Compuesto químico utilizado para observar la cinética de reacción de enzimas específicas
AGE	Ácido gálico equivalente
AT	Antocianinas totales
ATP	Adenosintrifosfato
DMPD	Método que sirve para determinar la actividad antioxidante de frutas y verduras
DMPO	Trampa de espín de uso común que reacciona con radicales libres
DPPH	Método utilizado para determinar la capacidad antioxidante de alimentos y compuestos
EPA	Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos
EROS	Especies reactivas de oxígeno
F-C	Folin - Ciocalteu
FDA	Administración de Alimentos y Medicamentos
FT	Fenoles totales
FWPP	Peso fresco de la cáscara de papa
HPLC	Cromatografía líquida de alta eficacia
ICA	Instituto Colombiano Agropecuario
MAE	Extracción asistida por microondas
MAOS	Monoaminoxidasa
UAE	Extracción asistida por ultrasonido

GLOSARIO

- **ABSORBANCIA:** También conocida como densidad óptica, se define como la relación logarítmica entre la intensidad de la luz que incide en una muestra y la intensidad de esa misma luz transmitida a través de la muestra.
- **ANTIOXIDANTE:** Son sustancias que pueden prevenir o retrasar el daño a las células causado por los radicales libres, moléculas inestables que el cuerpo produce como reacción a las presiones del ambiente y de otro tipo.
- **EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO:** Método de extracción por solventes, como operación unitaria consiste en disolver un componente que forma parte de un sólido con un solvente adecuado, siendo éste insoluble con el resto del sólido conocido.
- **LONGITUD DE ONDA:** Distancia que recorre una perturbación periódica que se propaga por medio de un ciclo.
- **POLIFENOLES:** Son el grupo más extenso de sustancias no energéticas presentes en los alimentos de origen vegetal.
- **RESIDUO:** Es todo elemento que está considerado como un desecho al cual hay que eliminar según los tipos de residuo.
- **SIFONADA O REFLUJO:** Se presenta cuando el solvente que se encuentra en el extractor Soxhlet se evapora subiendo por el brazo del extractor para luego condensarse y una vez llenado se recircula al balón.
- **SOLVENTE:** Es una sustancia química en la que se disuelve un soluto, resultando en una disolución; normalmente el solvente es el componente de una disolución presente en mayor cantidad.

RESUMEN

En los últimos años el consumo de papa ha estado en auge, convirtiéndose en uno de los cultivos más importantes a nivel mundial. Así mismo, la generación de residuos que produce este tubérculo es preocupante debido al poco manejo que se les impone. Esta investigación profundiza en la reutilización que se le puede dar a la cáscara de papa teniendo como objetivo principal la extracción de compuestos con actividad antioxidante que hacen parte de este residuo, los polifenoles.

La materia prima utilizada fue la cáscara de papa pastusa, una vez acondicionada, se realizó la extracción de los polifenoles mediante el método de extracción Soxhlet, utilizando como solvente la mezcla de agua y etanol a diferentes concentraciones, con una relación muestra solvente de 1:10, 1:20 y 1:30. Posteriormente se realizó la destilación simple de cada una de las muestras obtenidas en la extracción con el fin de recuperar la mayor cantidad de solvente utilizado en el proceso y así poder tener una concentración de la muestra deseada. Los polifenoles totales fueron determinados y cuantificados mediante la prueba Folin – Ciocalteu.

Una vez culminado el proceso experimental, se procede a realizar el modelo matemático básico de la extracción sólido – líquido desarrollando una serie de fórmulas que permitan una mayor comprensión del fenómeno que sucede durante la extracción. A su vez se realiza el análisis de solubilidad del ácido gálico en la mezcla de solventes etanol y agua para así conocer su comportamiento frente a estas sustancias.

PALABRAS CLAVE: Cáscara de papa, polifenoles, extracción Soxhlet, destilación, solubilidad.

INTRODUCCIÓN

La papa es un tubérculo que tiene una alta oferta y demanda en Colombia, en la mayoría de los casos su consumo se reduce a la pulpa desechando su cáscara, sin tener presente la gran cantidad de beneficios que posee, como lo son los compuestos fenólicos que le brindan la capacidad antioxidante, su alto contenido de fibra, proteínas y minerales; esto la hace un residuo orgánico valioso, que puede ser aprovechado para una variedad de aplicaciones en la industria tanto alimentaria como farmacéutica.

En el presente trabajo de grado se tiene como propósito la reutilización de un desecho alimentario como lo es la cáscara de papa, mediante la extracción de polifenoles presentes en ella, por el método Soxhlet con ensayos a nivel laboratorio. Se evidencia la parte conceptual de la extracción Soxhlet dando una contextualización con el desarrollo de las variables y aspectos técnicos de la extracción de polifenoles y su posterior cuantificación, también se muestra la solubilidad como una de los parámetros a evidenciar en el equilibrio de los solventes con afinidad a los polifenoles obtenidos.

Además, se muestra el procedimiento detallado de la parte experimental del proceso donde se realizó la extracción de polifenoles presentes en la cáscara de papa por el método Soxhlet y posteriormente una concentración de las muestras por medio de la destilación simple, incluyendo el análisis de la cantidad de polifenoles presentes por medio de la prueba Folin - Ciocalteu con ayuda del espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30 y el modelo matemático básico de la extracción sólido - líquido, el cual fue comparado con los resultados experimentales.

Es por esto que el semillero de investigación en Procesos de Separación no Convencionales (GPS) de la Fundación Universidad de América busca extraer por el método Soxhlet y analizar mediante la prueba Folin – Ciocalteu la presencia de los polifenoles en la cáscara de papa y su posible uso como antioxidantes en la industria. Así como el desarrollo del modelo matemático básico con el fin de tener una mejor comprensión del fenómeno de extracción sólido – líquido y de este modo analizar el comportamiento de la solubilidad del ácido gálico en la mezcla de solventes (etanol + agua).

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo general

- Extraer polifenoles presentes en la cáscara de papa mediante el método de extracción Soxhlet a nivel de laboratorio.

1.2 Objetivos específicos

- Reconocer las variables y aspectos técnicos del proceso de extracción de polifenoles de la cáscara de papa utilizando el método Soxhlet.
- Identificar el modelo y los parámetros termodinámicos del equilibrio de fases del solvente con afinidad hacia polifenoles.
- Desarrollar el proceso de extracción de polifenoles con el solvente seleccionado utilizando el método Soxhlet con ensayos a nivel de laboratorio.
- Realizar un modelamiento matemático básico del proceso de extracción Soxhlet.

2. MARCO TEÓRICO

A lo largo de este capítulo se definen las generalidades de la papa, sus partes y características junto con los conceptos de antioxidante, polifenoles y el método de extracción Soxhlet entre otros.

2.1 La papa

«Es una especie herbácea perteneciente al género *Solanum* de la familia de las solanáceas, originaria de la región que comprende el altiplano sur del Perú. Fue domesticada en el altiplano andino y en las cercanías del lago Titicaca por los habitantes de esta región desde hace unos ocho mil años. En el siglo XVI comenzó a ser trasladada a Europa por los conquistadores españoles quienes la consideraban una curiosidad botánica y no una planta alimenticia. Su consumo fue creciendo, aunque al principio como planta forrajera y de jardín por sus flores; su uso gastronómico se expandió a todo el mundo desde el siglo XVIII gracias a los escritos agronómicos del francés Antoine Parmentier y del irlandés Enrique Doyle, hasta convertirse en uno de los principales alimentos del ser humano» [23].

2.1.1 Generalidades de la papa

La papa es una importante fuente de nutrientes en la dieta humana, aporta sustancias bioactivas que presentan actividad antioxidante; destacándose como un alimento completo. Los compuestos presentes en los tubérculos de papa con potencial antioxidante son: ácido ascórbico, α -tocoferol, carotenoides, diferentes polifenoles y ácidos fenólicos como el ácido clorogénico, principal representante de este grupo. Tanto la pulpa como la cáscara de la papa contienen sustancias antioxidantes, se ha demostrado que la mayoría de los compuestos fenólicos se encuentran en la cáscara, derivados mayoritariamente del ácido cafeico y ácido ferúlico, estimulando así el aprovechamiento de este subproducto en la industria alimentaria [1].

Diversas investigaciones de la papa *Solanum tuberosum*, han mostrado valores de capacidad antioxidante comparativamente más altos que otros cultivos de igual importancia como arroz, trigo y maíz. Varios genotipos de papa (*Solanum tuberosum subsp. andigena*) presentan colores rojizos y púrpuras tanto en cáscara como en pulpa, estos colores se deben a la presencia de antocianinas en el tubérculo. Colombia posee amplia diversidad genética en papa del grupo *Phureja*, elevado

consumo nacional y alta tradición de cultivo en la comunidad campesina y buen consumo nacional [1].

2.1.2 Cáscara de papa

La cáscara de la papa es poco valorada y sin embargo tiene numerosos beneficios que por desgracia no se aprovechan. La piel de las papas tiene varias propiedades curativas y son grandes aliadas en materia de belleza y en la limpieza del hogar. En distintas partes del mundo se ha utilizado la cáscara de la papa hervida para curar las quemaduras de la piel a través de los años. Incluso, un hospital en India comenzó a probar este remedio colocándolo junto al vendaje de pacientes con quemaduras y se dieron cuenta que sanaban más rápido y además es un tratamiento sumamente económico [24].

2.1.3 Variedades de papa

2.1.3.a Variedades según su lugar de origen a nivel mundial. La papa es el tercer cultivo alimenticio más importante del mundo en términos de consumo humano después del arroz y del trigo. Aproximadamente 1.4 mil millones de personas consumen papa regularmente (más de 50 kg al año), y la producción total mundial del cultivo sobrepasa los 300 millones de toneladas métricas.

Hay más de 4.000 variedades de papas nativas que en su mayoría se encuentran en los Andes. Tienen diferentes tamaños, colores y formas. Asimismo, hay 151 especies de papa silvestre. Aunque son demasiado amargas para ser consumidas, su biodiversidad incluye importantes características como resistencia natural a plagas, enfermedades y condiciones climáticas.

Las papas pueden sembrarse desde el nivel del mar hasta los 4.700 metros de altitud; desde el sur de Chile hasta Groenlandia. Desde inicios de los años 60, el crecimiento del área de producción de papa ha superado rápidamente a todos los demás cultivos alimenticios en los países en desarrollo. Es un elemento fundamental en la seguridad alimentaria de millones de personas en Sudamérica, África y Asia, incluyendo Asia central [25].

2.1.3.b Variedades en Colombia. De acuerdo con Fedepapa, existen diferentes tipos de papa que probablemente son desconocidos para muchos, siendo alrededor de unas 850 clases de papa en Colombia, las cuales se encuentran registradas ante el ICA (Instituto Colombiano Agropecuario). Dentro de estas se diferencian las provenientes de *Solanum tuberosum* como la tuquerreña, salentuna y argentina y las derivadas de *Solanum phureja* como la criolla colombiana [26].

Estas son algunas de las variedades de papa más comunes en Colombia, sin embargo, como se mencionó antes, la cifra es extensa, y muchos de los tipos son pocos conocidos y no se encuentran fácilmente en el mercado. De igual manera, es uno de los artículos con mayor producción en el país, y las características de los cultivos se debe a la alta calidad de los productos para el agro utilizados por productores.

- **Papa pastusa:** es una de las variedades de mayor consumo, de textura harinosa y buen sabor. Dentro de las preparaciones más comunes se encuentra el puré de papa.
- **Papa criolla:** es una de las más conocidas en el mercado y presenta una alta demanda. Su color es amarillo por dentro y por fuera.
- **Papa sabanera:** es una papa con poca presencia en el mercado, pero es más común que la mayoría que se ha mencionado. Su textura es dura, siendo ideales para realizar papas saladas o ensalada de papa. Su color es un morado opaco en la cáscara y blanco en su interior.
- **Papa tocarreña:** al igual que la papa sabanera, tiene una textura firme, presenta un sabor apetitoso y su color es entre pardo con visos morados. Su preparación más común son chips caseros.
- **Papa capira:** una variedad de alto consumo. Contiene un nivel medio de almidón, y sus preparaciones más comunes son papas a la francesa y al horno.
- **Papa sangre de sol:** destaca por su sabor delicado y el color rojo de su cáscara. En su interior es de color amarillo intenso.
- **Papa utopía:** tiene una combinación de colores morado y amarillo tanto en su exterior como interior.
- **Papa manzana nevada:** es una papa con gran presencia en los platos de Medellín - Colombia, se caracteriza por su color amarillo por dentro y por fuera, su rico sabor y textura suave.

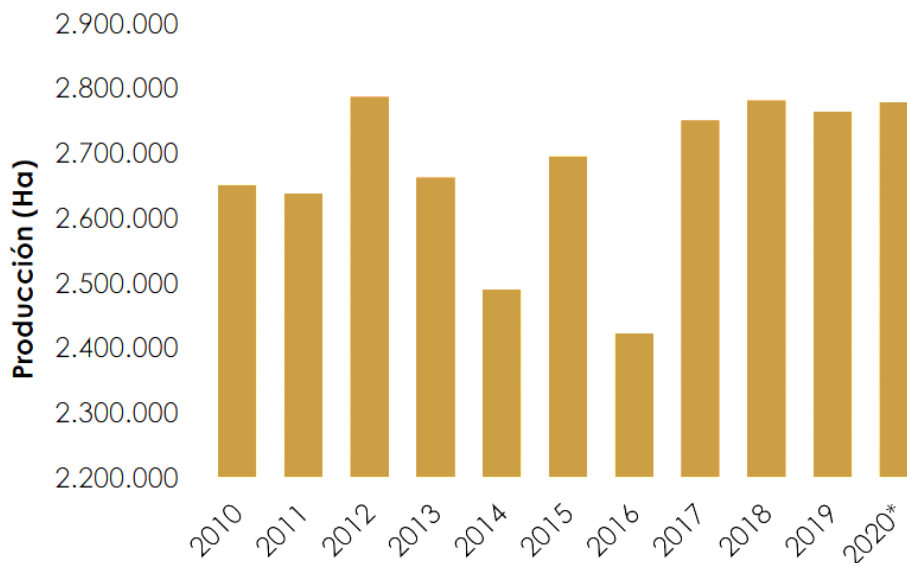
- **Papa estrella morada:** es una papa que resalta por su color morado tanto por fuera como por dentro, con la característica de que tiene una línea amarilla en su interior.
- **Papa pacha negra:** también resalta su color morado en el exterior, por dentro es amarillo y presenta visos morados.
- **Papa perilla:** conocida como papa criolla mariposa, la cual es amarilla por fuera, pero morada por dentro. Su delicioso sabor es una de las características que más resaltan [47].

2.1.4 Producción de la papa en Colombia

En la figura 1 se presenta la producción en Ton/año de papa en Colombia en las regiones de Cundinamarca, Boyacá, Nariño, Antioquia, entre otros; en esta se puede evidenciar el incremento paulatino que generó la producción del tubérculo en la última década.

Figura 1.

Producción (Ton) Anual De Papa En Colombia 2010–2020



Nota. Producción (Ton) Anual De Papa En Colombia 2010–2020. Tomado de: Consejo nacional de la papa

La tabla 1 resume la producción en Ton/año de papa en Colombia en las regiones de Cundinamarca, Boyacá, Nariño, Antioquia, entre otros. Se espera un aumento progresivo en el cultivo para los próximos años de este tubérculo.

Tabla 1.

Cálculos sistemas de información de estudios económicos de la papa en Colombia

AÑO	C/MARCA	BOYACÁ	NARIÑO	ANTIOQUIA	OTROS	TOTAL
2010	1.031.005	725.305	425.045	252.050	219.044	2.652.449
2011	1.039.600	719.400	443.300	230.745	205.855	2.368.900
2012	1.064.400	764.500	494.500	209.050	255.600	2.788.050
2013	1.001.376	709.000	509.400	168.172	276.052	2.664.000
2014	958.200	672.000	484.400	134.200	242.000	2.490.800
2015	1.055.300	697.500	514.020	153.600	276.240	2.696.660
2016	964.607	625.739	447.865	135.416	250.073	2.423.700
2017	1.075.360	713.592	530.000	150.960	281.925	2.751.837
2018	1.077.222	671.204	574.550	148.115	311.585	2.782.676
2019	1.028.047	742.255	578.695	143.811	272.564	2.765.373
2020	1.067.203	751.276	541.412	143.815	276.293	2.780.000

Nota. La tabla muestra los cálculos sistemas de información de estudios económicos de la papa en Colombia. Tomado de: Fedepapa

Entre enero y febrero de 2022 las exportaciones sumaron 112.617 USD, cifra 48,4% menor al mismo período del año anterior. En el período disminuyeron principalmente las exportaciones de papas preparadas sin congelar (snack).

Las importaciones a febrero de 2022 sumaron USD 22,5 millones, lo que representa un aumento de 22,8% en comparación con el mismo período del año anterior. Las papas preparadas congeladas son el principal producto importado y muestran un crecimiento de 22,9% en este período [27].

2.1.5 La papa como residuo

El procesamiento de productos asociados a la papa genera a nivel mundial cerca de 100.000.000 ton/año de residuos de la cáscara [1] de los cuales la gran mayoría son desechados sin tener presente el potencial uso que se le puede dar como fuente antioxidante en la industria alimentaria, en la industria farmacéutica como fibra dietaria y la industria biotecnológica para la producción de biogás, entre otros [2].

Tabla 2.

Composición de los residuos de la papa

	Cáscara de Papa	Residuos de papa	Hoja de papa	Residuos del procesamiento de almidón
Fibra Cruda	13,0 - 25,9	6,8 - 7,5	23,9 - 25,4	0,2 - 1,3
Proteína	13,9 - 17,9	1,5 - 2,5	0,2 - 1,5	15,1 - 19,2
Grasa	2,6 - 8,5	0,3 - 0,9	0,2 - 0,7	0,2 - 0,5
Cenizas	8,5 - 7,9	0,8 - 0,9	0,7 - 4,9	0,2 - 0,3
Carbohidratos	39,9 - 56,2	9,9 - 25,2	4,35 - 7,44	1,5 - 21,1
Minerales ^a	0,8 - 98,6	0,3 - 3,4	0,2 - 9,32	0,1 - 1,8
Polifenoles totales ^b	11,5 - 79,2	4,4 - 96,6	8,9 - 27,3	6,2 - 13,1

^amg/100g, ^bmg ácido gálico equivalente/100g

Nota. La tabla muestra la composición de los residuos de la papa. Tomado de: M. D. Torres and H. Domínguez, "Valorisation of potato wastes," Int. J. Food Sci. Technol., vol. 55, no. 6, pp. 2296–2304, 2020, doi: 10.1111/ijfs.14228.

La tabla 2 indica la composición de los residuos de la papa los cuales constituyen, no solo la cáscara de papa, sino también la hoja de la planta y algunos residuos propios del procesamiento de almidón, los cuales al no tener una disposición adecuada son desechados sin ningún tipo de tratamiento. Se observa que una mayor composición de las diferentes sustancias en la cáscara de papa, la cual gracias a los diferentes minerales y carbohidratos presenta grandes propiedades para el ser humano.

2.2 Antioxidantes

Son compuestos sintetizados por las plantas en sus diferentes partes (frutos, hojas, ramas, raíces, etc.) caracterizados por poseer grupos hidroxilos (OH) unidos entre sí por anillos bencénicos. Su presencia en los alimentos es fundamental no solo porque activan las propiedades organolépticas naturales, preservándolos, sino porque al ser ingeridos protegen de manera amplia y eficaz la salud del consumidor, previniendo el desarrollo de enfermedades tan graves como el cáncer, el infarto de miocardio, los procesos neurodegenerativos y el sistema inmunológico [28].

2.2.1 Función

Los antioxidantes cumplen funciones protectoras frente a desórdenes propios del equilibrio redox del organismo, disminuyendo los efectos adversos que causan radicales libres, principalmente las especies reactivas de oxígeno que se derivan de la respiración celular. La determinación de la capacidad antioxidante in vitro de un alimento proporciona una medida de su poder redox o comportamiento antirradical dentro de los tejidos y células corporales tras situaciones de estrés oxidativo [3].

El estrés oxidativo en el metabolismo celular, en el que la glucosa reacciona con el oxígeno para producir energía en forma de adenosintrifosfato (ATP) se produce simultáneamente la liberación de una serie de compuestos reactivos de oxígeno, llamados radicales libres, cuyos efectos sobre todos los elementos celulares (núcleo, membrana, citoplasma, mitocondrias, etc.) resultan gravemente tóxicos [28].

2.2.2 Determinación de la actividad antioxidante

Los métodos para la determinación de la actividad antioxidante se basan en comprobar cómo un agente oxidante induce daño oxidativo a un sustrato oxidante, daño que es inhibido o reducido en presencia de un antioxidante [29]. Esta inhibición es proporcional a la actividad antioxidante del compuesto o la muestra [30]. Sin embargo, hay ensayos que se basan en la cuantificación de los productos formados tras el proceso oxidativo [1].

Alternativamente, diversos compuestos cromógenos (ABTS, DPPH, DMPD (N, N-Dimetil-p-fenilenediamina dihidrocloruro), DMPO (5,5-Dimethyl-1-pyrroline-N-oxide) y Ferric Reducing Antioxidant Power por sus siglas en inglés FRAP). son utilizados para determinar la capacidad de los compuestos fenólicos que contienen los frutos para captar los radicales libres generados, operando así en contra los efectos perjudiciales de los procesos de oxidación, que implican a especies reactivas de oxígeno (EROS) [7].

Los métodos más aplicados son ABTS (Depleción del 2, 2'-Azinobis-3-etil- benzo- tiazolina-6-ácido sulfónico) y DPPH (2,2-difenil-1-picrilhidrazilo). Ambos presentan una excelente

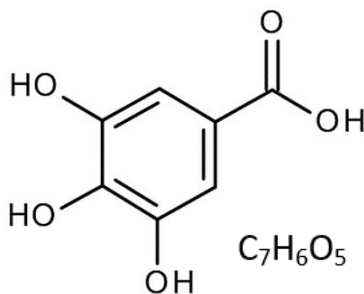
estabilidad en ciertas condiciones, aunque también muestran diferencias. El DPPH es un radical libre que puede obtenerse directamente sin una preparación previa, mientras que el ABTS tiene que ser generado tras una reacción que puede ser química (dióxido de manganeso, persulfato potasio, ABAP), enzimática (peroxidase, mioglobulina), o también electroquímica [31]. Con el ABTS se puede medir la actividad de compuestos de naturaleza hidrofílica y lipofílica, mientras que el DPPH solo puede disolverse en medio orgánico, y el DMPD solo en medio acuoso. El radical $ABTS^{•+}$ tiene, además, la ventaja de que su espectro presenta máximos de absorbancia a 414, 654, 754 y 815 nm en medio alcohólico, mientras que el DPPH presenta un pico de absorbancia a 515 nm, y el DMPD a 505 nm [32].

2.3 Polifenoles

Son los directamente responsables de la máxima actividad antioxidante de las frutas y verduras, así como de ciertas infusiones y bebidas naturales. Dentro de ellos, podemos dividirlos en dos subtipos con propiedades y características diferenciadas: los que son flavonoides y los que no lo son.

Figura 2.

Estructura ácido gálico



Nota. La figura muestra la molécula de ácido gálico. [En línea] Tomado de: <https://www.merckmillipore.com/CO/es/search/%C3%81cido%20g%C3%A1lico?search=&TrackingSearchType=SB+homepagesearchbox++OLD&SearchContextPageletUUID=&SearchTerm=%C3%81cido+g%C3%A1lico> Consultado el 15 de marzo de 2022.

Todos ellos muestran en su estructura química grupos OH unidos por anillos aromáticos, como se muestra en la figura 2 del ácido gálico con fórmula molecular $C_7H_6O_5$, este a menudo se toma como representante de los polifenoles debido a su presencia continua como este activo en diversos alimentos. Es precisamente la presencia de grupos OH lo que les confiere sus propiedades antioxidantes ya que, dependiendo de las circunstancias, pueden ceder un átomo de hidrógeno (H^+) o donar un electrón a un radical libre de oxígeno para saturarlo y neutralizarlo [28].

Concretamente, los compuestos fenólicos son productos formados por un grupo fenol, el cual se define como un grupo funcional hidroxilo en un anillo aromático [19]. Los compuestos fenólicos se caracterizan por ser muy heterogéneos, formados tanto por compuestos solubles como insolubles, que presentan funciones muy diversas en las plantas [11]. Además, desde el punto de vista metabólico, son compuestos biosintetizados a partir de diferentes rutas, lo que también aumenta su diversidad. Principalmente, los polifenoles surgen de dos rutas, las llamadas ruta del ácido shikímico y la ruta del ácido malónico, siendo de la primera de la que surgen la mayoría de los fenoles en las plantas [33].

Importantes industrias han mostrado un gran interés en estas moléculas, lo que ha llevado a realizar diversos estudios con el fin de encontrar la cantidad de polifenoles con propiedades farmacológicas de interés, dentro de las que se encuentra el carácter antioxidante, importante para combatir enfermedades producidas por el estrés oxidativo. Adicionalmente, a la capacidad antioxidante de estos compuestos, se les atribuyen propiedades antiinflamatorias, antialérgica, antitrombóticas, antimicrobianas, antineoplásicas y anticancerígenas, que justifican el número importante de publicaciones que pueden encontrarse en la literatura científica relacionadas con este tipo de compuestos [7].

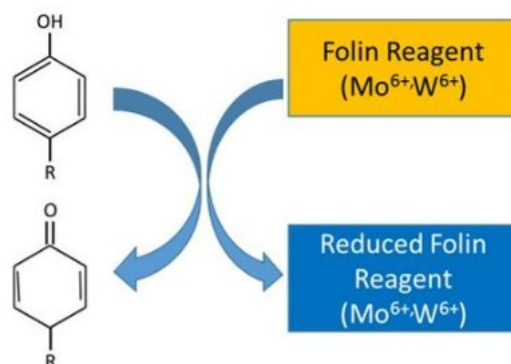
2.3.1 Cuantificación de polifenoles

Para determinar la cantidad de fenoles totales se utiliza el ensayo Folin - Ciocalteu como medida del contenido en compuestos fenólicos totales en productos vegetales. Se basa en que los compuestos fenólicos reaccionan con el reactivo de Folin - Ciocalteu, a pH básico, dando lugar a una coloración azul susceptible de ser determinada espectrofotométricamente a 760 nm. Este reactivo contiene una mezcla de wolframato sódico y molibdato sódico en ácido fosfórico y

reacciona con los compuestos fenólicos presentes en la muestra. El ácido fosfomolibdotúngstico (formado por las dos sales en el medio ácido), de color amarillo, al ser reducido por los grupos fenólicos da lugar a un complejo de color azul intenso (Figura 3), cuya intensidad es la que se mide para evaluar el contenido en polifenoles [6].

Figura 3.

Mecanismo de acción del reactivo de Folin - Ciocalteu.



Nota. La figura muestra el mecanismo de acción del reactivo de Folin - Ciocalteu. Tomado de: E. García Martínez, I. Fernández Segovia, and A. Fuentes López, "Determinación de polifenoles totales por el método de Folin - Ciocalteu," *Etsiamn*, p. 9, 2015.

El mecanismo de reacción es redox, por lo que puede considerarse también, como un método de medida de la actividad antioxidante total. La oxidación de los polifenoles presentes en la muestra, causa la aparición de una coloración azulada que presenta un máximo de absorción a 760 nm, y que se cuantifica por espectrofotometría en base a una recta patrón de ácido gálico (Figura 2). Se trata de un método preciso y sensible, que puede padecer numerosas variaciones, fundamentalmente en lo relativo a los volúmenes utilizados de la muestra a analizar, concentración de reactivos y tiempo de reacción [6].

También se pueden producir variaciones en el modo de expresar los resultados, sin embargo, el patrón recomendado es el ácido gálico. Este ensayo de análisis de los polifenoles totales, se utiliza con frecuencia en el estudio de las propiedades antioxidantes de alimentos vegetales, como zumos de fruta, al tratarse de un parámetro que generalmente, muestra una estrecha correlación con los diferentes métodos de medición de la actividad antioxidante [6].

2.4 Extracción sólido - líquido

La extracción sólido - líquido es un fenómeno de transporte de masa en la cual los sólidos contenidos en una matriz sólida migran a un disolvente en contacto con ésta. Este fenómeno de transporte se puede mejorar por los cambios en los gradientes de concentración, coeficiente de difusión o cambio de capa límite.

2.4.1 Usos de la extracción

La extracción sólido - líquido es ampliamente usada para recuperar alimentos importantes como sacarosa (caña o remolacha), lípidos de las semillas oleaginosas, proteínas de semillas oleaginosas, los fitoquímicos de plantas, hidrocoloides funcionales de algas y compuestos polifenólicos de plantas, frutas, verduras, etc. Existen factores que afectan la concentración de los componentes deseados en el extracto sólido - líquido, como la temperatura, tasa de flujo y tamaño de las partículas; además de variables significativas como el tiempo de contacto y la relación sólido - líquido [1].

2.4.2 Extracción por el método Soxhlet

La extracción Soxhlet, es el método estandarizado de extracción de muestras sólidas más utilizado desde su diseño en el siglo pasado, y actualmente, es el principal método de referencia con el que se comparan otros métodos de extracción [34]. Además de muchos métodos de la EPA (U.S. Environmental Protection Agency) y de la FDA (Food and Drugs Administration) utilizan esta técnica clásica como método oficial para la extracción continua de sólidos [2].

2.4.2.a Funcionamiento. En este procedimiento la muestra sólida finamente pulverizada se coloca en un cartucho de material poroso que se sitúa en la cámara del extractor Soxhlet. Se calienta el disolvente extractante, situado en el balón, se condensan sus vapores que caen, gota a gota, sobre el cartucho que contiene la muestra, extrayendo los analitos solubles. Cuando el nivel del disolvente condensado en la cámara alcanza la parte superior del sifón lateral, el disolvente, con los analitos disueltos, asciende por el sifón y retorna al balón de ebullición. Este proceso se repite hasta que se completa la extracción de los analitos de la muestra y se concentran en el disolvente [2].

Figura 4.

Método de extracción Soxhlet, montaje



Nota. La figura muestra el montaje de extracción Soxhlet.

2.4.3 Métodos alternativos de la extracción sólido - líquido

2.4.3.a Extracción asistida por ultrasonido (UAE). «La extracción por ultrasonido se utiliza en la industria alimentaria, de suplementos nutricionales y farmacéutica para liberar compuestos bioactivos como vitaminas, polifenoles, polisacáridos, cannabinoides y otros fitoquímicos de los productos botánicos. La extracción asistida por ultrasonido se basa en el principio de funcionamiento de la cavitación acústica o ultrasónica» [57].

La extracción por ultrasonido ocurre cuando se acoplan ondas de ultrasonido de alta potencia y baja frecuencia en una mezcla de material botánico en un disolvente, estas se acoplan mediante un procesador ultrasónico de tipo sonda. Las ondas ultrasónicas de alta energía viajan a través del líquido creando ciclos alternos de alta y baja presión, lo que da lugar al fenómeno de cavitación acústica [57].

La irradiación ultrasónica representa una forma eficaz de mejorar los procesos de separación, ya que las ondas dan lugar a la cavitación y sus mecanismos conexos, como el micro movimiento por chorros de líquido, la compresión y descompresión en el material con la consiguiente perturbación de las paredes celulares, así como altas tasas de calentamiento y enfriamiento. Los ultrasonidos de tipo sonda pueden generar amplitudes muy altas, lo que es necesario para generar cavitación de impacto [57].

2.4.3.b Extracción asistida por microondas (MAE). Es un procedimiento que se utiliza para extraer diferentes compuestos, pueden ser orgánicos insolubles o ligeramente solubles en el agua. Se maneja energía de microondas proveniente de un magnetrón con un difusor rotatorio, para lograr una distribución homogénea de las microondas y así producir elevadas condiciones de presión y temperatura en recipientes cerrados que contienen la muestra junto con la mezcla de solventes adecuados, facilitando la rápida disolución de los analitos de interés en la mezcla de solventes obteniendo una alta eficiencia de recuperación [58].

La mezcla de los solventes trabajados consta de un solvente que sea insoluble en agua ya sea hexano o diclorometano y un solvente que sea miscible en agua como la acetona. El propósito principal de un solvente miscible en agua es facilitar la extracción de los sólidos húmedos permitiendo que esta mezcla penetre la capa de agua de la superficie de las partículas sólidas. El solvente que es inmiscible en agua extrae los compuestos orgánicos con polaridad similar. Una vez extraídos los analitos con el solvente adecuado se procede con su análisis siendo la Cromatografía de Gases – Masas el método más utilizado [58].

3. SOLUBILIDAD DEL ÁCIDO GÁLICO EN LA MEZCLA DE SOLVENTES

ETANOL-AGUA

La solubilidad es uno de los parámetros a tener en cuenta en las extracciones sólido – líquido para comprobar su efectividad, se tratarán los conceptos básicos de solubilidad como lo es su definición, clasificación, factores que afectan este parámetro y el comportamiento de este factor del ácido gálico en la solución etanol + agua.

3.1 ¿Qué es la solubilidad?

Es la capacidad de un cuerpo o de una sustancia determinada (llamada soluto) de disolverse en un medio determinado (llamado solvente); es decir, es la cantidad máxima de un soluto que un solvente puede recibir en determinadas condiciones ambientales. El soluto es la sustancia que se disuelve en un determinado solvente. Puede ser un sólido, un líquido o un gas. Por lo general, el soluto se encuentra en menor cantidad que el solvente en una disolución [45].

3.2 Clasificación de las soluciones

3.2.1 Saturadas

Cuando no se puede disolver más soluto, es decir, cuando la disolución tiene el máximo de soluto que admite el solvente [45].

3.2.2 Insaturadas

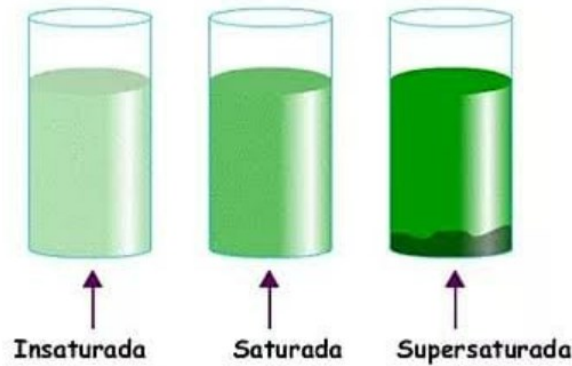
Cuando se puede seguir disolviendo más soluto en la disolución [45].

3.2.3 Sobresaturadas

Cuando la disolución tiene más soluto del que puede disolver. Una disolución sobresaturada se puede lograr modificando ciertas condiciones, como por ejemplo la temperatura, para lograr que se disuelva más soluto que el máximo que admite la disolución [45].

Figura 5.

Clasificación de las soluciones



Nota. La figura muestra la clasificación de las soluciones
Fuente: https://www.google.com/search?q=solucion+saturada+insaturada+y+sobresaturada&tbm=isch&ved=2ahUKewiRYCMrz3AhVGIYQIHb6wCD8Q2cCegQIABAA&oq=solucion+satu&gs_lcp=AM&bih=569&biw=1280&rlz=1C1CHBF_esCO948CO948#imgrc=pDCIidpye6mMYM

3.3 Factores que afectan la solubilidad

3.3.1 Temperatura

La mayoría de los sólidos aumentan su solubilidad en agua al aumentar la temperatura, aunque existen algunas excepciones; esto se debe a que incrementan las interacciones entre las partículas del soluto y el solvente, por lo que se pueden romper las fuerzas intermoleculares entre ellos. Por otra parte, los solutos gaseosos tienen un comportamiento distinto, pues al aumentar la temperatura aumenta su solubilidad en solventes orgánicos, pero disminuye en agua debido a que el gas tiende a escapar del líquido con el aumento de la temperatura [45].

3.3.2 Presión

La presión influye en la solubilidad de los solutos gaseosos principalmente. Al aumentar la presión de un soluto gaseoso, aumenta su solubilidad en un cierto solvente [45].

3.3.3 Naturaleza del soluto y el solvente

Las sustancias con la misma polaridad son solubles entre sí, de lo que surge la frase: “semejante disuelve lo semejante”. Sin embargo, cuando un soluto y un solvente tienen polaridades distintas, son completamente insolubles entre sí, aunque siempre existe un rango de polaridades intermedias en el que pueden ser parcialmente solubles un soluto y un disolvente.

La polaridad es una propiedad de los compuestos químicos que tienen la tendencia a separar las cargas eléctricas en su estructura. Las moléculas polares están constituidas por átomos cuya electronegatividad es muy diferente, mientras que las moléculas apolares están formadas por átomos con igual electronegatividad.

La polaridad también está determinada por la simetría de su estructura, por lo que pueden existir moléculas formadas por átomos cuya electronegatividad es diferente, pero están dispuestos de tal manera en su estructura molecular, que anulan los dipolos (polos eléctricos) y finalmente la molécula termina siendo apolar [45].

3.3.4 Agitación

Agitar o revolver las disoluciones aumenta la solubilidad del soluto, pues contribuye a una mayor interacción entre el soluto y el solvente [45].

3.4 Determinación de la solubilidad

Con la intención de entender el comportamiento de las diferentes sustancias polifenólicas presentes en las muestras extraídas de la cáscara de papa, se realizó el estudio de la solubilidad del ácido gálico en la mezcla de solventes agua y etanol a diferentes concentraciones. Para esto se utilizó la ecuación (1) donde y es el valor de las constantes B_0 , B_1 , B_2 , B_3 , B_4 , y B_5 las cuales serán reemplazadas en la ecuación (2) que establece la solubilidad del ácido gálico a varias temperaturas [46].

La tabla 3 muestra el valor de los parámetros constantes e y f

$$y = e + fT \quad [1]$$

Tabla 3.

Parámetros constantes usados en la ecuación 1

Parámetro	e	f
B ₀	-21,082	0,049
B ₁	-39,024	0,146
B ₂	452,920	-1,425
B ₃	-1162,300	3,634
B ₄	1200,400	-3,805
B ₅	-445,540	1,440

Nota. La tabla muestra los parámetros constantes e y f .
Fuente. A. Noubigh, C. Jeribi, A. Mgaidi, and M. Abderrabba, "Solubility of gallic acid in liquid mixtures of (ethanol + water) from (293.15 to 318.15) K," J. Chem. Thermodyn., vol. 55, pp. 75–78, 2012, doi: 10.1016/j.jct.2012.06.022.

Tabla 4.Constantes B₀, B₁, B₂, B₃, B₄, B₅

T (K)	B ₀	B ₁	B ₂	B ₃	B ₄	B ₅
343,150	-4,165	11,007	-36,000	84,810	-105,183	48,699
345,150	-4,066	11,299	-38,850	92,079	-112,792	51,580
347,150	-3,968	11,590	-41,699	99,347	-120,402	54,460
349,150	-3,869	11,882	-44,549	106,616	-128,011	57,341
351,150	-3,770	12,174	-47,399	113,884	-135,620	60,221
353,150	-3,672	12,465	-50,248	121,153	-143,230	63,102

Nota. La tabla muestra las Constantes B₀, B₁, B₂, B₃, B₄, B₅.

$$\ln(X_E) = B_0 + B_1X_E + B_2X_E^2 + B_3X_E^3 + B_4X_E^4 + B_5X_E^5 \quad [2]$$

Tabla 5.

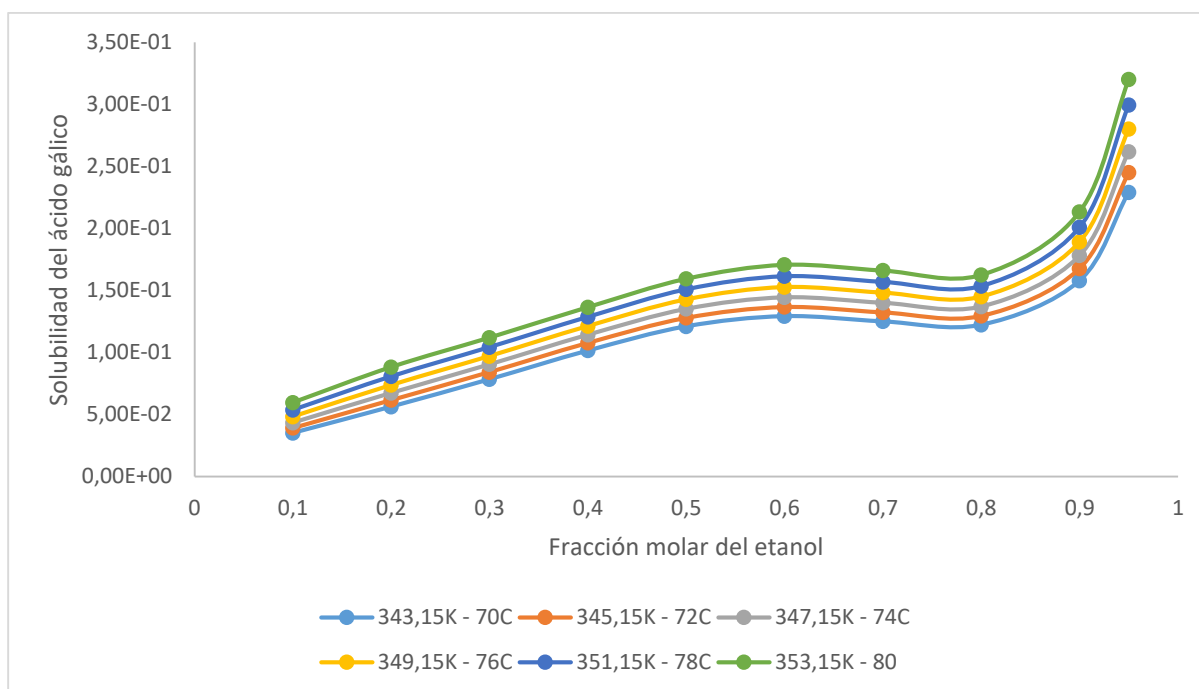
Solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol

$X_{E=}$	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95
343,150	0,035	0,056	0,078	0,101	0,121	0,129	0,125	0,122	0,158	0,229
345,150	0,039	0,062	0,084	0,108	0,128	0,137	0,132	0,129	0,168	0,245
347,150	0,043	0,067	0,090	0,114	0,135	0,144	0,140	0,137	0,178	0,262
349,150	0,048	0,074	0,097	0,121	0,143	0,153	0,148	0,145	0,189	0,280
351,150	0,054	0,081	0,104	0,129	0,151	0,161	0,157	0,153	0,201	0,299
353,150	0,060	0,088	0,112	0,136	0,159	0,171	0,166	0,162	0,213	0,320

Nota. La tabla muestra la solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol.

Figura 6.

Solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol con variación de temperaturas



Nota. La figura muestra solubilidad del ácido gálico en diferentes concentraciones de etanol con variación de temperaturas.

En la figura 6 se observa que la solubilidad del ácido gálico varía dependiendo de la concentración de los solventes utilizados, en este caso el etanol - agua y el cambio progresivo de la temperatura;

cuando el etanol se encuentra a una concentración entre el 10% y 60% presenta un aumento gradual de la solubilidad, pero al estar entre el 60% y 80% existe una leve disminución de este factor, entre el 80% y 95% se presenta la mayor solubilidad del ácido gálico en el etanol y agua debido a que las moléculas del ácido gálico presentan un equilibrio intermolecular con las moléculas del etanol mientras que con las moléculas del agua se genera una variación entre las fuerza moleculares, lo que ocasiona que a ciertas temperaturas su solubilidad sea menor.

De acuerdo a lo anterior se puede evidenciar que a mayor solubilidad se obtienen mejores resultados de extracción, dado que al incrementar la solubilidad mayor será la capacidad de extracción, sin embargo, en los datos experimentales obtenidos en este trabajo, la relación más favorable de solventes es etanol al 46% con una relación muestra solvente 1:30 mostrando valores superiores de la cantidad de polifenoles en la extracción sólido - líquido. Esto está en contradicción con los resultados del trabajo de *“Solubility of gallic acid in liquid mixtures of (ethanol + water)”* dado que se presentan mejores resultados al utilizar mayor concentración de etanol, pero como se muestra en el presente trabajo y en las bibliografías estudiadas ocurre el caso contrario.

Se puede corroborar lo anterior, de acuerdo con el artículo *“Optimization of Pulsed Electric Fields-Assisted Extraction of Polyphenols from Potato Peels Using Response Surface Methodology”* en el cual al utilizar diferentes concentraciones de etanol – agua desde 0 a 100% en la extracción de polifenoles presentes en la cáscara de papa asistida por campos eléctricos pulsados, se obtiene un mejor rendimiento de polifenoles totales al utilizar una mezcla de agua y etanol al 52%, obteniendo valores desde 748,400 mgAGE/kgFWPP hasta 1130,900 mgAGE/kgFWPP [54].

En el artículo *“Establishment of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from industrial potato by-products using response surface methodology”* se realiza una extracción asistida por ultrasonido de compuestos presentes en la cáscara de papa, considerando diferentes factores como lo son la temperatura de extracción, proporciones del solvente en la mezcla de etanol - agua, tiempos de extracción y la relación muestra solvente, obteniendo extracciones optimas a las relaciones, etanol – agua 55 – 45% durante 35 minutos a 35°C y con una relación muestra solvente 1:10 [55].

De acuerdo con el trabajo de grado *“Optimización de las condiciones de extracción de polifenoles a partir de la batata (Ipomoea Batatas Lam) y ajuste de los parámetros cinéticos”* en donde a partir de tres diferentes tipos de papa se analiza la extracción sólido – líquido de polifenoles

presentes en la cáscara teniendo en cuenta condiciones que favorezcan su rendimiento como lo son la temperatura, la relación harina – solvente, y la relación etanol – agua, logrando una optimización de los parámetros obteniendo resultados a una temperatura de 30°C de la relación harina – solvente de 1:100 (p/v) y una relación óptima de etanol – agua de 40 – 60% [56].

Tabla 6.

Recopilación bibliográfica de los resultados experimentales de extracción de polifenoles

ARTÍCULO	RELACIÓN MUESTRA SOLVENTE	POLIFENOLES TOTALES
Optimization of Pulsed Electric Fields-Assisted Extraction of Polyphenols from Potato Peels Using Response Surface Methodology [54].	Agua – 48% Etanol – 52%	748,400 mgAGE/kg hasta 1130,900 mgAGE/kg
Establishment of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from industrial potato by-products using response surface methodology [55].	Etanol – 55% Agua – 45%	6,090 mgAGE/g
Optimización de las condiciones de extracción de polifenoles a partir de la batata (<i>Ipomoea Batatas Lam</i>) y ajuste de los parámetros cinéticos [56].	Etanol – 40% Agua – 60%	22,570 mgAGE/g

Nota. La tabla muestra la recopilación bibliográfica de los resultados experimentales de extracción de polifenoles.

Recopilando el estudio de la solubilidad se puede inferir que el enfoque de la termodinámica del proceso se centra en este concepto, debido a que es una propiedad característica de un sólido en una mezcla de solventes y su comprensión se vuelve relevante en el desarrollo del fundamento del proceso de extracción por el método Soxhlet.

En este estudio el ácido gálico es un representante de los polifenoles presentes en el proceso, es por esto que se toma como referente para el análisis de la solubilidad en la mezcla de solventes etanol – agua, lo cual nos permite llegar a conjeturar que en las muestras extraídas la composición de la solución presente en el balón usado en la extracción Soxhlet, además de contener polifenoles, tiene sustancias no polifenólicas como lo son azúcares, ácidos orgánicos y grasas [57] que llegan a afectar la medición de la cantidad de polifenoles, los cuales serán necesarios cuantificar y separar posteriormente mediante métodos convencionales y ambientalmente sostenibles.

Con el análisis de solubilidad y los resultados obtenidos en este trabajo, se puede concluir que no es suficiente con realizar el estudio de la solubilidad del ácido gálico para comprobar la relación a la cual se da la mejor extracción de polifenoles, por el contrario, se deben analizar más factores como la afinidad entre los polifenoles y el solvente a trabajar, la polaridad del solvente, tiempo, temperatura y el método de extracción seleccionado para el proceso.

4. EXTRACCIÓN POR EL MÉTODO SOXHLET

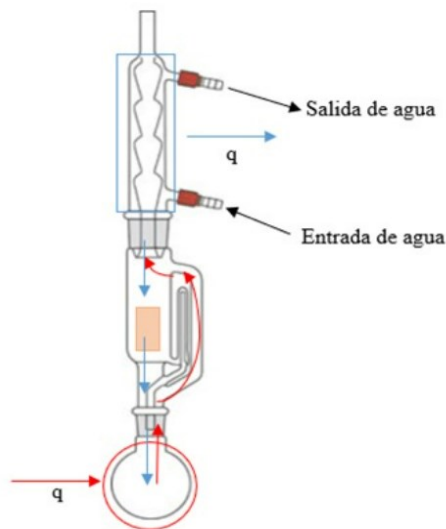
En esta sección se mostrarán los conceptos básicos de la extracción por el método Soxhlet, el procedimiento paso a paso a seguir, ventajas y desventajas del método, factores que afectan la velocidad de extracción, la clasificación y selección del solvente. Así como la conceptualización de la destilación simple.

4.1 Definición

La extracción es una operación que tiene como finalidad separar las sustancias de un material sólido o líquido por medio de un solvente que tenga afinidad con la sustancia deseada; uno de los métodos más comunes es la extracción Soxhlet que consiste en colocar un sólido pulverizado en un cartucho de material poroso que se sitúa en extractor Soxhlet (Figura 7), esta indica la circulación de las corrientes frías y calientes, junto con el suministro y remoción del calor. Se calienta el disolvente extractante (corriente roja) situado en el balón, se condensan sus vapores (corriente azul) que caen, gota a gota, sobre el cartucho que contiene la muestra, extrayendo la sustancia deseada [35].

Figura 7.

Esquema de la extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra el esquema de la extracción Soxhlet con la circulación de las corrientes frías y calientes junto con el suministro y remoción del calor.

Cuando el nivel del disolvente condensado en la cámara alcanza la parte superior del sifón lateral, el disolvente, con la sustancia deseada, asciende por el sifón y retorna al balón de ebullición. Este proceso se repite hasta que se complete el número de ciclos necesarios para finalizar la extracción y se concentra en el disolvente.

El fundamento de la extracción por el método Soxhlet es aprovechar diferencias de solubilidad de los sólidos en un determinado disolvente. Es una operación con transporte de masa entre fases. Para llevar a cabo el proceso es necesario: contacto del disolvente en el sólido a tratar, para disolver el componente soluble o soluto y la separación de la solución y el resto del sólido con la solución adherida al mismo.

La solución separada se denomina flujo superior o extracto y el sólido inerte acompañado de la solución retenida por el mismo, flujo inferior o refinado. Una unidad de extracción, que recibe el nombre de ideal o teórica cuando la solución correspondiente al extracto, tiene la misma concentración que la retenida por el sólido en el flujo inferior. La transferencia de masa tiene lugar en el sentido sólido - líquido y no se considera el caso inverso [36].

4.2 Procedimiento

El método de extracción Soxhlet tiene varias etapas fundamentales que hacen que el proceso sea efectivo:

4.2.1 Agregar el solvente al balón

Es importante este paso debido a que es fundamental tener presente la cantidad de solvente necesario para el proceso a medida que este ascienda por el extractor Soxhlet, para no dejar sin solvente el balón, dado que se puede secar la muestra o incluso quemarse. Si la relación entre solvente no es conocida se debe adicionar el solvente desde arriba para que vaya cubriendo el cartucho con la muestra, esta sería la cantidad mínima con un exceso dado que durante la extracción hay una pérdida de solvente por evaporación, si se conoce la relación soluto - solvente se coloca directamente al balón para iniciar con la operación [35].

4.2.2 Solventes a utilizar

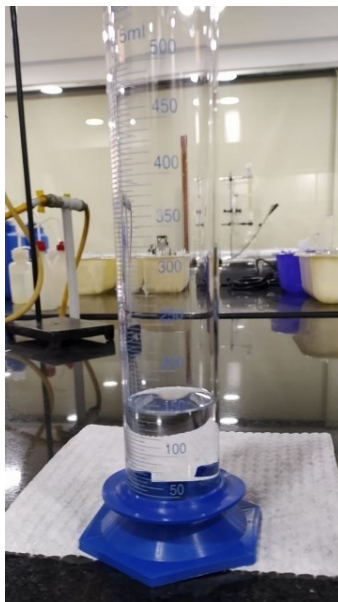
Se requiere tener un conocimiento previo sobre la naturaleza del soluto para encontrar un solvente que interactúe con la muestra y permita la extracción de sus compuestos. Al no utilizar un solvente adecuado el producto final de la operación será el mismo solvente.

Los solventes más utilizados en la extracción sólido-líquido son los orgánicos, que presentan baja polaridad como lo es el diclorometano, el éter dietílico, el acetato de etilo, el hexano o el tolueno.

El agua también es ampliamente utilizada como solvente en la extracción debido a que es un compuesto en el que el oxígeno (O) y el hidrógeno (H) forman pares de electrones comunes que son fuertemente atraídos por el oxígeno por ser el elemento más electronegativo. Esta separación parcial de las cargas eléctricas polariza la molécula de agua, presentando un extremo negativo y otro positivo, generando un carácter dipolar determinante para las propiedades del agua como solvente [35].

Figura 8.

Solvente a utilizar en la extracción Soxhlet (Etanol 96%)



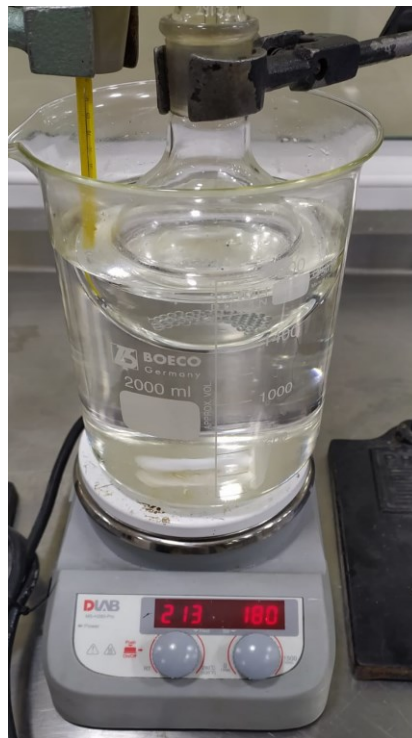
Nota. La figura muestra una probeta la cual contiene el Solvente a utilizar en la extracción Soxhlet (Etanol 96%).

4.2.3 Calentamiento

El efecto de la temperatura sobre cada uno de los solventes varía según su punto de ebullición por lo que se debe tener presente con qué sustancia se está trabajando dado que, para un mejor desarrollo de la operación, es ideal contar con la temperatura óptima para garantizar la obtención de la sustancia deseada [35].

Figura 9.

Método de calentamiento utilizado para la extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra el método de calentamiento utilizado para la extracción Soxhlet.

4.2.4 Refrigeración

El correcto funcionamiento de la refrigeración dependerá de la conexión de las mangueras, puesto que al no unir las a la salida y entrada de agua en el equipo Soxhlet se genera un recalentamiento al sistema. También se debe regular el flujo de agua para usar solamente lo necesario dado el alto consumo de esta, en especial si es agua potable [35].

4.2.5 Operación de extracción

Una vez listo el montaje del equipo Soxhlet, se enciende la plancha de calentamiento y empieza el proceso. Al llegar al punto de ebullición del solvente seleccionado, este comienza a evaporarse luego de que se calienten las paredes del equipo, se condensa en el refrigerante y empieza a caer en forma de gotas sobre el cartucho que contiene la muestra sólida. El primer ciclo no se debe contabilizar dado que el equipo está estabilizando y regulando la temperatura y velocidad de extracción.

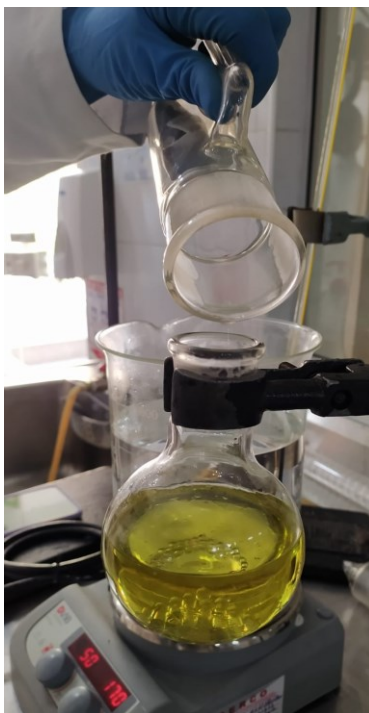
A medida que el condensado va descendiendo sobre el cartucho este comienza a escurrir llenando el recipiente de extracción hasta que llega al nivel de la bajada del sifón para retornar con todo el material disuelto hacia el balón. El tope del sifón está por encima del cartucho para asegurar que todas las veces el material a extraer quede impregnado en el solvente. Cuando el sistema esté en funcionamiento los ciclos se producen a intervalos regulares, los tiempos comunes del ciclo están entre 30 y 60 minutos, según la potencia del calentador, el solvente, temperatura externa [35].

4.2.6 Culminación de la operación

Al finalizar la operación de extracción se requiere cierto tiempo para esperar que el sistema se enfríe y sea más fácil manipularlo, se debe cerrar el agua de refrigeración en el momento de culminar el proceso para no tener un consumo excesivo de agua. Cuando esté a temperatura ambiente se debe desarmar el equipo y retirar el cartucho saturado de solvente para colocarlo en una campana extractora para que se seque la muestra dado que si se retira húmedo se deteriora. Por último, enjuagar todos los equipos utilizados en el proceso [35].

Figura 10.

Obtención de los polifenoles, agua y solvente (etanol) por método de extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra el proceso de obtención de los polifenoles, agua y solvente (etanol) por método de extracción Soxhlet.

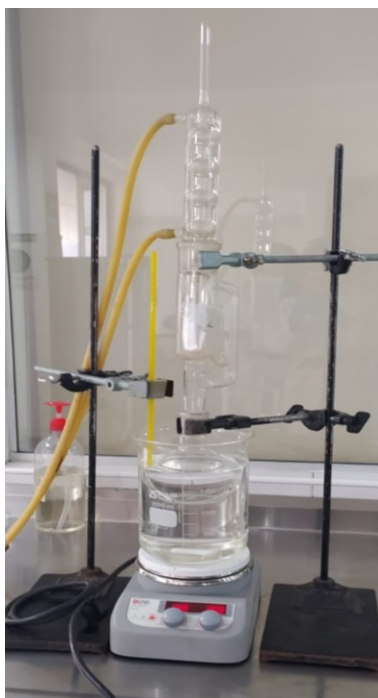
4.2.7 Procedimiento paso a paso del montaje del equipo Soxhlet

- Obtener la muestra sólida con el tamaño de partícula requerido (en este caso 0,1 mm).
- Seleccionar los solventes deseados con los cuales se dará la extracción sólido - líquido. Para esto se debe tener en cuenta la relación entre la muestra sólida y el solvente a utilizar, esta debe ser en la proporción de 1:10, 1:20 y 1:30.
- Se procede a armar en el soporte universal las nueces y pinzas que servirán como soporte para el montaje Soxhlet.
- Utilizar una fuente de calor directa como una plancha de calentamiento o inmersión de baño maría en aceite mineral, con el fin de asegurar una transferencia de calor uniforme en el balón. En esta técnica se utiliza una plancha de calentamiento con agitación magnética y un vaso de precipitados el cual contiene el aceite mineral.

- Ajustar la temperatura deseada a la cual se va a realizar la extracción sólido - líquido usualmente se hace referencia a la temperatura de ebullición del solvente.
- Ubicar el balón de destilación (el cual contiene el solvente seleccionado) al interior del vaso de precipitados procurando un contacto permanente entre el aceite mineral y el balón.
- Introducir dentro del extractor Soxhlet el cartucho con la muestra pulverizada.
- Ensamblar el extractor Soxhlet al balón de destilación. Y posteriormente unir el condensador al extractor Soxhlet, teniendo en cuenta que se deben usar dos mangueras en el condensador, el tubo inferior será la entrada de agua al sistema y el tubo superior será la salida de agua del sistema de refrigeración. Recordando que el ingreso del agua debe ser en el punto donde existe mayor temperatura en el montaje, para así asegurar una refrigeración constante [35].

Figura 11.

Montaje de extracción por el método Soxhlet



Nota. La figura muestra el montaje de extracción por el método Soxhlet.

4.3 Ventajas y desventajas del método

4.3.1 *Ventajas*

- La muestra está en contacto repetidas veces con porciones continuas de disolvente.
- La extracción se realiza con el disolvente caliente, así se favorece la solubilidad de la sustancia deseada.
- No es necesaria la filtración después de la extracción.
- La metodología empleada es muy simple.
- Es un método que no depende de la matriz.
- Se obtienen excelentes recuperaciones, existiendo gran variedad de métodos oficiales cuya etapa de preparación de muestra se basa en la extracción con Soxhlet.

4.3.2 *Desventajas*

- El tiempo requerido para la extracción normalmente está entre 4 - 24 horas dependiendo de la cantidad de materia prima agotada.
- La cantidad de disolvente orgánico (200 mL - 500 mL).
- La descomposición térmica de la sustancia deseada, ya que la temperatura del disolvente orgánico está próxima a su punto de ebullición.
- No es posible la agitación del sistema, la cual podría acelerar el proceso de extracción.
- Es necesaria una etapa final de evaporación del disolvente para la concentración de la sustancia deseada.
- Esta técnica no es fácilmente automatizable [36].

4.4 Factores que afectan la velocidad de extracción

4.4.1 *Tamaño de las partículas sólidas*

Evidentemente cuanto más pequeñas sean, mayor es la superficie interfacial y más corta la longitud de los poros. Por tanto, mayor es la velocidad de transferencia. Sin embargo, tamaños excesivamente pequeños pueden hacer que las partículas se apelmacen dificultando la extracción por la anulación del área interfacial. Se recomienda realizarlo con sólidos granulados [37].

4.4.2 Naturaleza del solvente

El líquido debe ser lo más selectivo posible y se recomienda de baja viscosidad para que penetre fácilmente en los poros del sólido [37].

4.4.3 Temperatura

Un aumento de la temperatura incrementa la solubilidad y aumenta los coeficientes de transferencia de materia, por lo tanto, una mayor extracción del soluto. El límite superior se fija atendiendo a criterios de calidad del producto, criterios económicos y de seguridad con respecto al disolvente [37].

4.4.4 Agitación del fluido

Favorece la transferencia por aumento de coeficientes de transferencia de materia en la interfase sólido -líquido. Además, se evita la sedimentación y apelmazamiento de las partículas sólidas [37].

4.5 Solventes en la extracción Soxhlet

Un solvente es un líquido en cual se introducen una o más sustancias para constituir una fase homogénea: la solución. El solvente no es definido por su estructura química sino más bien por su estado físico, el estado líquido, y por su uso. Hay una infinita variedad de solventes: agua, compuestos orgánicos simples a temperatura ambiente (alcoholes, ácidos e hidrocarburos, etc.). Éstos últimos los más tradicionales, pero los gases condensados a bajas presiones tales como el amoníaco o el dióxido de carbono, y muchas sales (criolita líquida a más de 1.000 °C) son también usados como solventes [39].

4.5.1 Clasificación de los solventes

La polaridad es una de las características más importantes de los solventes, ya que establece una diferencia en la carga eléctrica sobre varias porciones de una molécula. Ésta es la diferencia fundamental entre los solventes, ya que establece un punto a partir del cual pueden clasificarse. De lo anterior, los solventes pueden catalogarse de dos maneras: polares y no polares. Además,

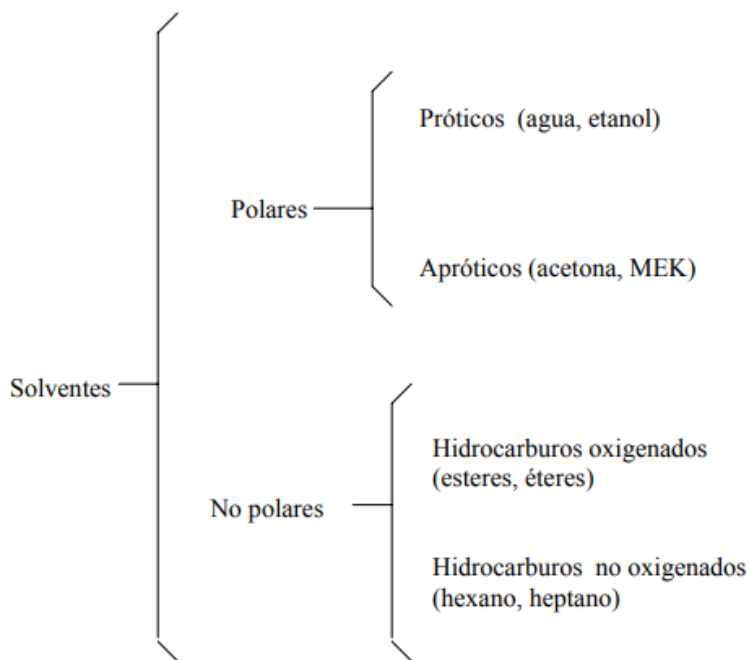
pueden subdividirse en solventes polares próticos, polares apróticos, solventes no polares no oxigenados y no polares oxigenados [39].

Un solvente polar prótico es aquel que puede liberar un hidrógeno por ionización o bien es aquel que dona un protón como el agua. Caso contrario es el del solvente aprótico pues éste no libera ningún protón, como el n-propilacetato.

Así, un solvente no polar oxigenado, es aquel que contiene oxígeno en su estructura, pero éste no ayuda a la polaridad de la molécula, como el éter metílico. Es evidente que un solvente no polar y que no es oxigenado son únicamente los formados por hidrocarburos como el hexano y heptano [39].

Figura 12.

Clasificación de los solventes según su polaridad



Nota. La figura muestra la clasificación de los solventes según su polaridad. Fuente. G. A. Recinos Mendoza, "Evaluación Del Rendimiento De Concretos Obtenidos En La Secuencia Extractiva Por Lixiviación Mediante Técnica Soxhlet Con Tres Solventes (Hexano, Etanol Y Agua) A Partir De Frutos De Arrayán (Myrica Cerífera L.) Recolectados De Los Bosques Naturales Del Área Nor-Central De Guatemala", Trabajo de grado, Guatemala, 2004.

4.5.2 *Propiedades de los solventes*

4.5.2.a Volatilidad. Se refiere a la cantidad de presión de vapor mensurable en una sustancia, o bien a la concentración respectiva de un determinado componente en la fase líquida y en la fase gaseosa, la velocidad de evaporación generalmente es evaluada al ser comparada con otros como el acetato de butilo [39].

4.5.2.b El grado de inflamabilidad. Es la temperatura a la cual el solvente emite suficiente vapor para formar una mezcla que puede explotar o bien inflamarse al ser puesta en contacto con una flama, superficie caliente. Y tener contacto con el aire [39].

4.5.2.c Riesgo de intoxicación con alimentos. Debido a su toxicidad, ciertos solventes son prohibidos en tintas para empaques de comida. Otros en cambio son tolerados, pero en cantidades limitadas. Su medida es expresada en miligramos por kilogramo de comida [39].

4.5.2.d El peso molecular. El peso molecular de los solventes les permite mejores condiciones de movilidad y por lo tanto una mayor solvatación [39].

4.5.2.e Olor. El solvente nunca es evaporado en su totalidad. Con la misma concentración, diferentes solventes poseen muy diferentes residuos olfativos [39].

4.5.2.f La función del solvente. Hay muchas moléculas de disolventes unidas por enlaces a cada partícula disuelta y es la formación de dichos enlaces la que proporciona la energía necesaria para que se rompan las fuerzas de atracción que mantienen unidas las partículas del soluto [39].

Dichas fuerzas de atracción o enlaces son las siguientes:

- Enlaces ion-ion: muestra la atracción entre las cargas opuestas de un catión y un anión.
- Enlaces dipolo-dipolo: atracción entre el extremo positivo de una molécula polar y el negativo de otra, también polar.
- Fuerzas de Van der Waals: es la atracción entre los extremos con cargas opuestas de dipolos momentáneos e inducidos en moléculas vecinas. Estas fuerzas actúan entre todas las moléculas, incluidas las no polares.
- Enlaces ion-dipolo: atracción de un ion positivo por el extremo negativo de las moléculas de un disolvente polar, y de un ion negativo por el extremo positivo.

Las características de la solubilidad de los solutos no iónicos dependen principalmente de su polaridad y en particular de su capacidad para formar puentes de hidrógeno. La simple premisa que la estructura molecular determina el comportamiento químico y la que menciona que una sustancia disuelve a otra semejante, dan idea del porqué sustancias que son polares no son solubles en disolventes orgánicos.

En realidad, un buen solvente debe presentar el llamado poder de solvatación o la capacidad de formar enlaces. El dicho poder no depende simplemente de un elevado momento dipolar, sino que también tiene que ver con la naturaleza de los enlaces químicos formados [39].

4.5.3 Solventes industriales

4.5.3.a Alcoholes. Compuestos alquílicos con un grupo funcional hidroxilo. Constituyen una de las clases más importantes de solventes industriales. Los dos alcoholes industriales más importantes son el metanol y el etanol. Estos alcoholes se absorben bien por todas las vías, aunque su absorción dérmica o mucosas difícilmente pueda dar intoxicaciones agudas. Sufren deshidrogenación por las enzimas: alcohol deshidrogenasa, MAOS (monoaminooxidasas) y catalasas, transformándolos en formaldehído y luego en ácido fórmico. Su altísima hidrosolubilidad, así como su volatilidad hacen que sean eliminados fácilmente tanto por vía renal como por vía respiratoria [39].

4.5.3.b Agua. El agua es una sustancia tan común en la Tierra que con frecuencia se menosprecia su naturaleza única. El agua participa en todos los procesos vitales. Es un magnífico disolvente para muchos compuestos iónicos, como para otras sustancias que son capaces de formar enlaces de hidrógeno con el agua como alcoholes.

El agua tiene un calor específico elevado (4,184 J/g*°C). La razón de ello es que para elevar la temperatura del agua (es decir, para aumentar la energía cinética promedio de las moléculas), primero se deben romper muchos enlaces de hidrógeno intermoleculares. Por ello, puede absorber una gran cantidad de calor mientras que su temperatura aumenta ligeramente. De la misma manera, el agua puede proporcionar mucho calor con una ligera disminución de su temperatura. Por esta razón, las enormes cantidades de agua que se encuentran en los lagos y océanos pueden moderar

de manera eficaz el clima de las zonas circundantes al absorber calor en verano y liberar calor en invierno, con pequeños cambios de temperatura.

La propiedad más sobresaliente del agua es que su forma sólida es menos densa que su forma líquida: el hielo flota en la superficie del agua líquida. Mientras que la densidad de casi todas las demás sustancias es mayor en el estado sólido que en el estado líquido [39].

4.5.3.c Solvente seleccionado. Para el proceso de extracción Soxhlet en el presente trabajo, se decide trabajar con el solvente agua a diferentes concentraciones de etanol 96% [50], 80% [48] y 50% [49] y del 65%, 46% (seleccionadas para revisar el comportamiento de este solvente en intervalos más pequeños de concentración), esto se debe a la afinidad de este solvente orgánico con los polifenoles, su alta volatilidad la cual es una ventaja a la hora de realizar procesos como la destilación.

Al utilizar el etanol como solvente se da la posibilidad de llevar el producto extraído a la industria alimentaria y farmacéutica reduciendo la toxicidad que puede generar este tipo de solventes en el cuerpo humano. Además de cumplir con uno de los 12 principios de ingeniería verde, el cual es, disolventes y auxiliares más seguros [18].

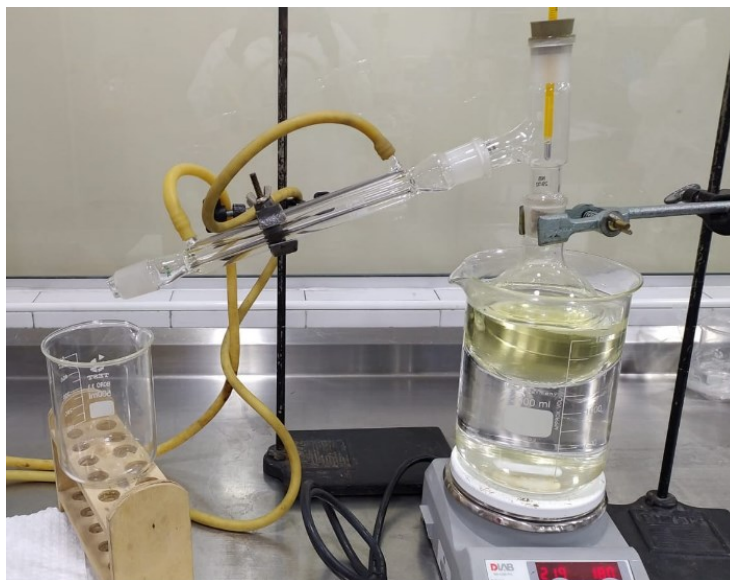
4.6 Destilación

La destilación es una técnica de laboratorio utilizada en la separación de sustancias miscibles. El objetivo principal de la destilación consiste en separar una mezcla de varios componentes aprovechando sus diferentes volatilidades, o bien, separar materiales volátiles de otros no volátiles [40].

La destilación se utiliza ampliamente en la obtención de bebidas alcohólicas, en el refinado del petróleo, en procesos de obtención de productos petroquímicos de todo tipo y en muchos otros campos de la industria. Es uno de los procesos de separación más extendidos [40].

Figura 13.

Montaje para la destilación simple de las muestras extraídas por el método Soxhlet



Nota. La figura muestra el montaje para la destilación simple de las muestras extraídas por el método Soxhlet.

4.6.1 En qué consiste la destilación

El proceso de la destilación consiste en calentar un líquido hasta que sus componentes más volátiles pasen a fase vapor y, posteriormente, enfriar el vapor hasta recuperar estos componentes en forma líquida mediante un proceso de condensación [40].

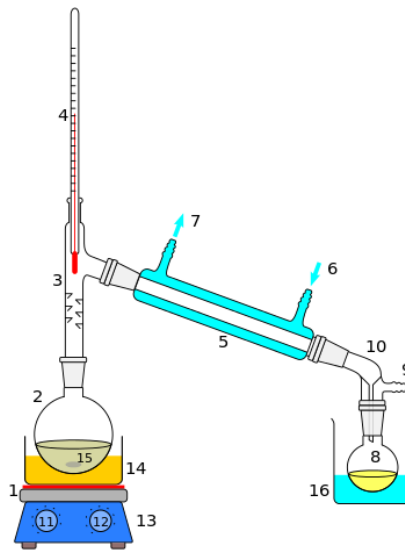
En general, en el proceso de la destilación intervienen los siguientes elementos:

1. Fuente de calor.
2. Balón de fondo redondo.
3. Cabezal fijo.
4. Termómetro / Temperatura de punto de ebullición.
5. Condensador.
6. Agua de enfriamiento.
7. Salida de agua de enfriamiento.
8. Destilado / vaso de precipitados de recepción.
9. Vacío / entrada de gas.
10. Receptor fijo.

- 11. Control de calor.
- 12. Control de velocidad del agitador.
- 13. Agitador / placa de calentamiento.
- 14. Baño de calentamiento (aceite / arena).
- 15. Medios de agitación, perlas de ebullición o agitador mecánico.
- 16. Baño de enfriamiento

Figura 14.

Elementos que conforman el proceso de destilación simple



Nota. La figura muestra los elementos que conforman el proceso de destilación simple
 Fuente. "¿Qué es la destilación y para qué sirve?" Agua.
<https://www.iagua.es/respuestas/que-es-destilacion-y-que-sirve> [En línea] Consultado el 9 de abril de 2022.

4.6.2 Tipos de destilación

Los diferentes tipos de destilación son:

4.6.2.a Destilación simple. Se utiliza cuando la mezcla de productos líquidos a destilar contiene únicamente una sustancia volátil, o bien, cuando esta contiene más de una sustancia volátil, pero el punto de ebullición del líquido más volátil difiere del punto de ebullición de los otros componentes en, al menos, 80°C [40].

4.6.2.b Destilación a presión atmosférica. Aquella que se realiza a presión ambiental. Se utiliza fundamentalmente cuando la temperatura del punto de ebullición se encuentra por debajo de la temperatura de descomposición química del producto [40].

4.6.2.c Destilación a presión reducida. Consiste en disminuir la presión en el montaje de destilación con la finalidad de provocar una disminución del punto de ebullición del componente que se pretende destilar. Se utiliza fundamentalmente cuando el punto de ebullición del compuesto a destilar es superior a la temperatura de descomposición química del producto [40].

4.6.2.d Destilación fraccionada. Se utiliza cuando la mezcla de productos líquidos que se pretende destilar contiene sustancias volátiles de diferentes puntos de ebullición con una diferencia entre ellos menor a 80°C. Igual que la destilación simple, también puede ser a presión atmosférica o a reducida [40].

4.6.2.e Destilación por arrastre de vapor. Permite la separación de sustancias insolubles en agua y ligeramente volátiles de otros productos no volátiles. Posibilita la purificación o el aislamiento de compuestos de punto de ebullición elevado mediante una destilación a baja temperatura (siempre inferior a 100°C). Es una técnica de destilación muy útil para sustancias de punto de ebullición muy superior a 100°C y que descomponen antes o al alcanzar la temperatura de su punto de ebullición [40].

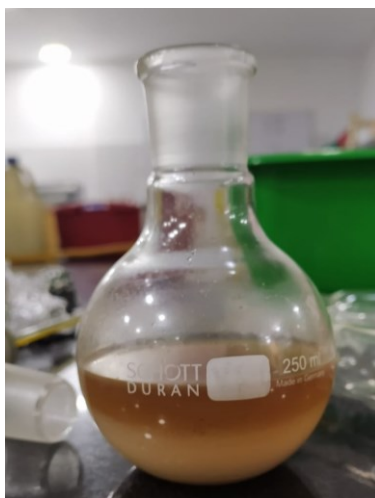
4.6.2.f Destilación en horno de bolas. Consiste en un destilador de vacío sin volúmenes muertos que se utiliza para la separación entre líquidos o sólidos de bajo punto de fusión y sustancias poliméricas o aceites de elevado punto de ebullición [40].

4.7 Montaje de la destilación simple

Se emplea una plancha de calentamiento donde se coloca un balón de destilación, en él se agrega la muestra a separar, en este caso se utilizó la muestra obtenida en el proceso de extracción Soxhlet.

Figura 15.

Muestra obtenida en la extracción por el método Soxhlet; esta será usada en el proceso de destilación simple.



Nota. En la figura se observa la muestra obtenida en la extracción por el método Soxhlet la cual será usada en el proceso de destilación simple.

Al balón se conecta un accesorio en forma de T (receptor fijo), en la parte superior de este va un corcho el cual se utiliza para sujetar el termómetro y así tener un control constante de la temperatura, al otro lado del accesorio se conecta un condensador el cual permite refrigerar el solvente extraído que luego pasa a un vaso de precipitados para ser recolectado posteriormente.

Figura 16.

Receptor fijo (T) del montaje de destilación simple



Nota. La figura muestra el Receptor fijo (T) del montaje de destilación simple.

Figura 17.

Condensador del montaje de destilación simple



Nota. La figura muestra el condensador del montaje de destilación simple.

Figura 18.

Vaso de precipitados recolector del solvente destilado

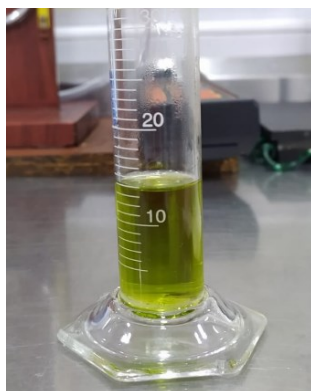


Nota. La figura muestra el vaso de precipitados recolector del solvente destilado.

Una vez se llega a la temperatura de ebullición del solvente, este comienza a ascender en forma de vapor pasando a través del accesorio en forma de T y por el condensador el cual va a refrigerar el solvente hasta llegar a su estado original como líquido, el cual se recupera en el vaso de precipitados acondicionado para el proceso (Figura 18).

Figura 19.

Mezcla de polifenoles y solventes obtenida de la destilación simple



Nota. La figura muestra la mezcla de polifenoles y solventes obtenida de la destilación simple

El proceso de destilación se detiene cuando se logra recuperar la mayor parte del solvente utilizado inicialmente en el proceso, también si se presenta un cambio de color drástico en la muestra (de claro a oscuro, casi negro en pocos minutos) ya que indica el paso del tiempo límite de la operación y puede significar que la muestra llega a quemarse. Adicionalmente, se monitorea el número de gotas que caen por minuto del condensador al llegar a la temperatura deseada; la destilación se detiene al observar una disminución en la continuidad de goteo del proceso.

Figura 20.

Almacenamiento de la muestra destilada



Nota. La figura muestra el Almacenamiento de la muestra destilada.

5. EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES POR EL MÉTODO SOXHLET A NIVEL DE LABORATORIO

El proceso de extracción por el método Soxhlet requiere de una serie de pasos consecuentes, con el fin de lograr la obtención de muestra extraída deseada, teniendo esto en cuenta, en este capítulo se hablará sobre los principales reactivos y equipos a usar, el procedimiento a nivel laboratorio de la extracción Soxhlet y la destilación simple junto con el análisis de la cantidad de polifenoles de las muestras mediante la prueba Folin – Ciocalteu.

5.1 Reactivos y equipos usados en la extracción de los polifenoles presentes en la cáscara de papa

5.1.1 Reactivos

Tabla 7.

Ficha de seguridad del agua desionizada

Ficha de seguridad del Agua desionizada	
Información sobre el componente	
CAS	7732-18-5
Formula molecular	H ₂ O
Masa molar (g/mol)	18,2
Punto de fusión (°C)	0
Punto de ebullición (°C)	100
Información regulatoria	
Riesgo a la salud	0
Riesgo de incendio	0
Reactividad	0

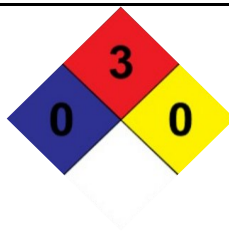


Nota. La tabla muestra la ficha de seguridad relacionada al agua desionizada.

Tabla 8.

Ficha de seguridad del Etanol 96% v/v

Ficha de seguridad del Etanol 96% v/v	
Información sobre el componente	
CAS	64-17-5
Formula molecular	C ₂ H ₆ O
Masa molar (g/mol)	46,07
Punto de fusión (°C)	-114
Punto de ebullición (°C)	78
Información regulatoria	
Riesgo a la salud	0
Riesgo de incendio	3
Reactividad	0

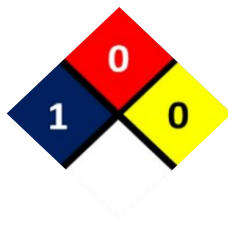


Nota. La tabla muestra la ficha de seguridad relacionada al etanol 96% v/v

Tabla 9.

Ficha de seguridad del ácido gálico anhidro

Ficha de seguridad del Ácido gálico anhidro	
Información sobre el componente	
CAS	149-91-7
Formula molecular	C ₇ H ₆ O ₅
Masa molar (g/mol)	170,1
Punto de fusión (°C)	252
Punto de ebullición (°C)	-
Información regulatoria	
Riesgo a la salud	1
Riesgo de incendio	0
Reactividad	0



Nota. La tabla muestra la ficha de seguridad relacionada al ácido gálico anhidro.

Tabla 10.

Ficha de seguridad del carbonato de sodio $\geq 99,5\%$

Ficha de seguridad del Carbonato de sodio $\geq 99,5\%$	
Información sobre el componente	
CAS	497-19-8
Formula molecular	Na_2CO_3
Masa molar (g/mol)	106
Punto de fusión ($^{\circ}\text{C}$)	851
Punto de ebullición ($^{\circ}\text{C}$)	-
Información regulatoria	
Riesgo a la salud	2
Riesgo de incendio	0
Reactividad	0



Nota. La tabla muestra la ficha de seguridad relacionada carbonato de sodio $\geq 99,5\%$.

5.1.2 Equipos

Tabla 11.

Equipos utilizados en el proceso de extracción Soxhlet

Unidad	Equipo	Referencia
1	Secador	Binder ED 53
1	Molino de martillos	Modelo YC90L-2
1	Balanza analítica	Precisión $\pm 0,01$
1	Espectrofotómetro de luz visible	Thermo Genesys 30
1	Termocupla	HI9043
1	Baño termostataado	Memmert W200

Nota. La tabla muestra la lista de quipos usados en el proceso de extracción Soxhlet, con su respectiva referencia.

5.2 Extracción de los polifenoles presentes en la cáscara de papa a nivel de laboratorio

Para la extracción de los polifenoles presentes en la cáscara de papa se utilizó el método Soxhlet. Se recolectó la materia prima (cáscara de papa) por recursos propios, está se lavó y se dejó en un secador Binder ED 53 (Figura 21) durante 24 horas a una temperatura de 90°C para ser reservada en el desecador por 2 horas, mientras se disminuye su temperatura y se evita la absorción de humedad presente en el ambiente. Transcurrido este tiempo pasa a ser triturada en el molino de martillo modelo YC90L-2 con un tamiz de 0,1mm (Figura 22). En la tabla 12 se muestra el peso de las bandejas con las cáscaras de papa antes y después de ser dejadas en el secador.

Figura 21.

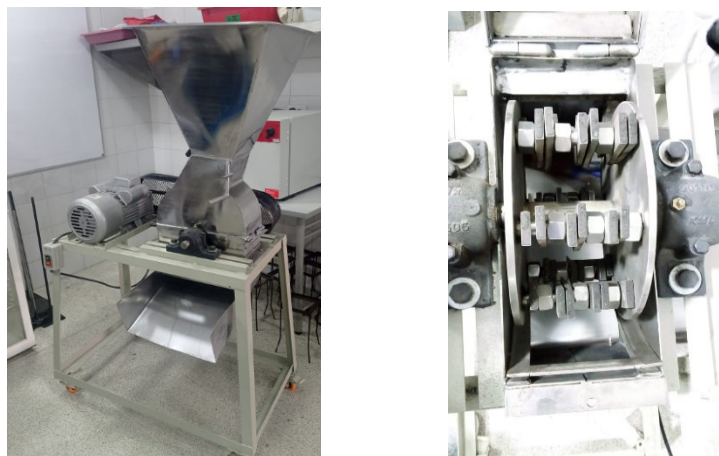
Secador Binder ED 53



Nota. La figura muestra el equipo utilizado para el secado de la materia prima Binder ED 53.

Figura 22.

Molino de martillo modelo YC90L-2



Nota. La figura muestra el Molino de martillo modelo YC90L-2.

Tabla 12.

Peso de las bandejas con las cáscaras de papa antes y después de pasar por el secador con su respectiva humedad

Bandeja	Peso de la bandeja (g)	Peso de la bandeja+ muestra húmeda (g)	Peso de la bandeja+ muestra seca (g)	Humedad en las muestras secas (%)
1	17,440	281,530	259,700	9,010
2	17,260	318,690	296,240	8,040
3	16,220	246,490	98,410	12,770
4	16,010	262,360	114,670	10,140
5	16,190	252,760	94,210	9,510

Nota. La tabla muestra el peso de las bandejas con las cáscaras de papa antes y después de pasar por el secador junto con el dato del porcentaje de humedad de la muestra seca.

Se prepararon 15 muestras para la extracción por el método Soxhlet con diferentes concentraciones del solvente y variando la relación entre la muestra y el solvente (Tabla 13). Se trabajó a una temperatura entre 75 - 82°C, utilizando el aceite mineral como fuente de calor en una plancha de calentamiento y agitación DLAB referencia MS-H280-Pro para controlar la temperatura y así lograr una transferencia de calor uniforme en el balón que contiene el solvente.

Para el cartucho que se encuentra en el extractor Soxhlet se utilizaron 15,000 g de cáscara de papa triturada (por cada muestra), se debe tener en cuenta que este debe ser localizado debajo del brazo de alimentación del extractor para no generar demasiados reflujos y dañar la extracción. El proceso tuvo una duración de 6 horas en las cuales se presentaron 4 reflujos por muestra. En la figura 23 se observan cinco de las muestras usadas en el proceso al finalizar la extracción.

Figura 23.

Muestras obtenidas en el proceso de extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra las muestras obtenidas en el proceso de extracción Soxhlet.

Tabla 13.

Extracción por el método Soxhlet con diferentes concentraciones de solvente y variando la relación entre la muestra y el solvente

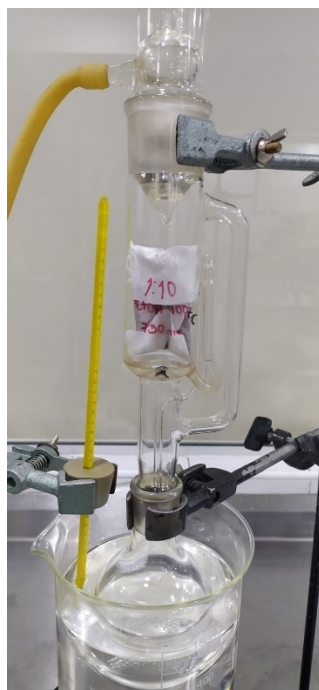
SOXHLET	SOLVENTE %v/v	RELACIÓN MUESTRA SOLVENTE	CÁSCARA DE PAPA (g)
1	Etanol 96% 144 ml de EtOH 6 ml de H ₂ O	1:10	15
2	Etanol 96% 288 ml de EtOH 12 ml de H ₂ O	1:20	15
3	Etanol 96% 432 ml de EtOH 18 ml de H ₂ O	1:30	15
4	Etanol 80% 120 ml de EtOH 30 ml de H ₂ O	1:10	15
5	Etanol 80% 240 ml de EtOH 60 ml de H ₂ O	1:20	15
6	Etanol 80% 360 ml de EtOH 90 ml de H ₂ O	1:30	15
7	Etanol 65% 97,5 ml de EtOH 52,5 ml de H ₂ O	1:10	15
8	Etanol 65% 195 ml de EtOH 105 ml de H ₂ O	1:20	15
9	Etanol 65% 292 ml de EtOH 158 ml de H ₂ O	1:30	15
10	Etanol 50% 75 ml de EtOH 75 ml de H ₂ O	1:10	15
11	Etanol 50% 150 ml de EtOH 150 ml de H ₂ O	1:20	15
12	Etanol 50%	1:30	15

	225 ml de EtOH		
	225 ml de H ₂ O		
	Etanol 46%		
13	69 ml de EtOH	1:10	15
	81 ml de H ₂ O		
	Etanol 46%		
14	138 ml de EtOH	1:20	15
	162 ml de H ₂ O		
	Etanol 46%		
15	207 ml de EtOH	1:30	15
	243 ml de H ₂ O		

Nota. La tabla muestra la extracción por el método Soxhlet con diferentes concentraciones de solvente y variando la relación entre la muestra y el solvente.
Fuente. Elaboración propia

Figura 24.

Montaje de extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra el montaje de extracción Soxhlet.

Al finalizar la extracción Soxhlet se realizó una destilación simple de cada muestra para separar los polifenoles del solvente, considerando que con los polifenoles también se encuentra agua desionizada y concentraciones de etanol.

Se realizó la destilación simple de todas las muestras manteniendo una temperatura entre 70 – 75°C, con el aceite mineral como fuente de calor en una plancha de calentamiento y agitación. En la tabla 14 se encuentra el peso del cartucho, la cantidad de polifenoles y el solvente recuperado.

Tabla 14.

Datos obtenidos de la extracción Soxhlet

MUESTRA	PESO CARTUCHO (g)	POLIFENOLES (mL)	SOLVENTE RECUPERADO (mL)
1	35,710	2,240	110,394
2	42,790	18,260	234,484
3	41,530	25,810	377,603
4	34,050	29,340	85,854
5	36,020	30,450	230,690
6	28,030	77,540	334,062
7	36,300	36,840	76,903
8	38,860	110,740	148,378
9	40,610	154,650	252,060
10	36,280	45,340	69,230
11	43,220	115,460	140,166
12	37,240	196,560	214,683
13	38,380	52,120	60,606
14	41,720	132,830	124,570
15	43,120	244,790	160,550

Nota. La tabla muestra los datos obtenidos de la extracción Soxhlet.

Figura 25.

Montaje de destilación simple



Nota. La figura muestra el montaje de destilación simple.

Figura 26.

Muestra obtenida del proceso de destilación



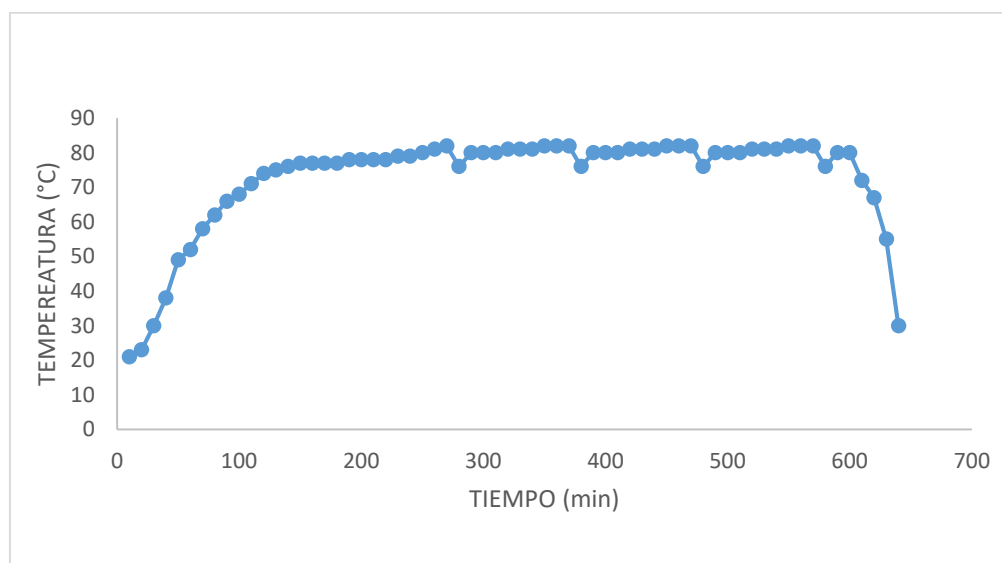
Nota. La figura representa la muestra obtenida del proceso de destilación.

5.3 Variación de la temperatura y el tiempo en la extracción Soxhlet

En la figura 27 se observa la curva de la variación de la temperatura respecto al tiempo a lo largo de la extracción Soxhlet para tener un control del comportamiento de la temperatura durante el proceso, el cual se realizó con la ayuda de una termocupla unida al balón de dos bocas usado en la extracción, este arrojó el valor de la temperatura máxima siendo de 82°C momento en el cual se presentan los reflujos para luego mantenerse constante hasta los 76°C.

Figura 27.

Variación de la temperatura respecto al tiempo



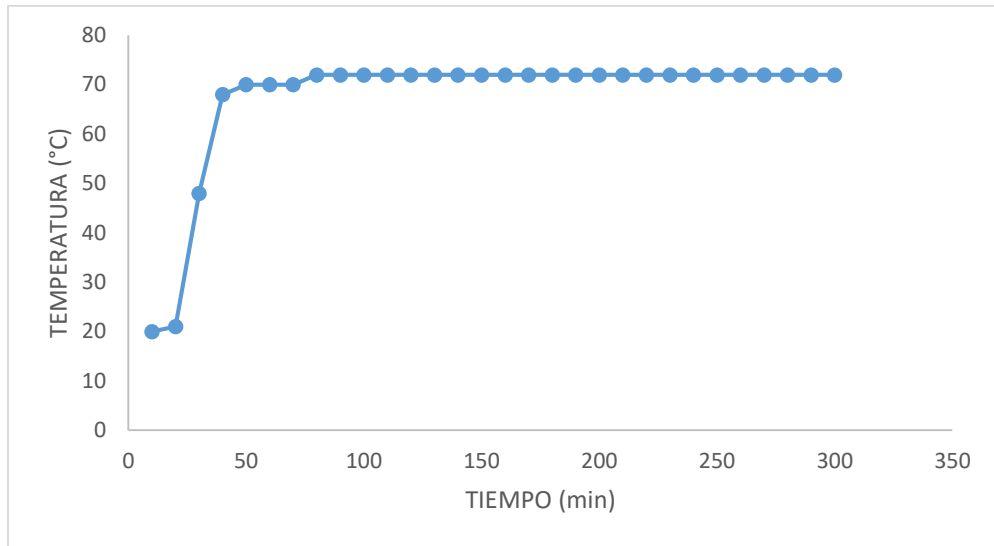
Nota. La figura muestra la variación de la temperatura respecto al tiempo.

5.4 Curvas de destilación

Se realizaron cuatro curvas de destilación para llevar un control del tiempo de extracción y la temperatura, la cual se aumentó a 82°C en dos de los procesos, donde una de las muestras se quemó y la otra presentó una fuerte ebullición haciendo que el producto deseado pasara por el condensador y se arruinara la destilación.

Figura 28.

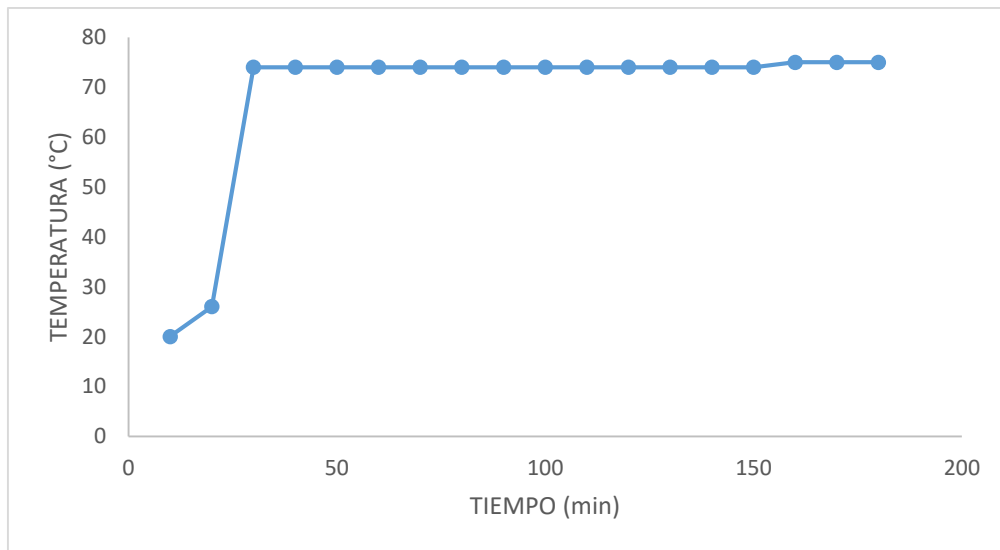
Curva de destilación de la muestra 1



Nota. La figura muestra la curva de destilación de la muestra 1.

Figura 29.

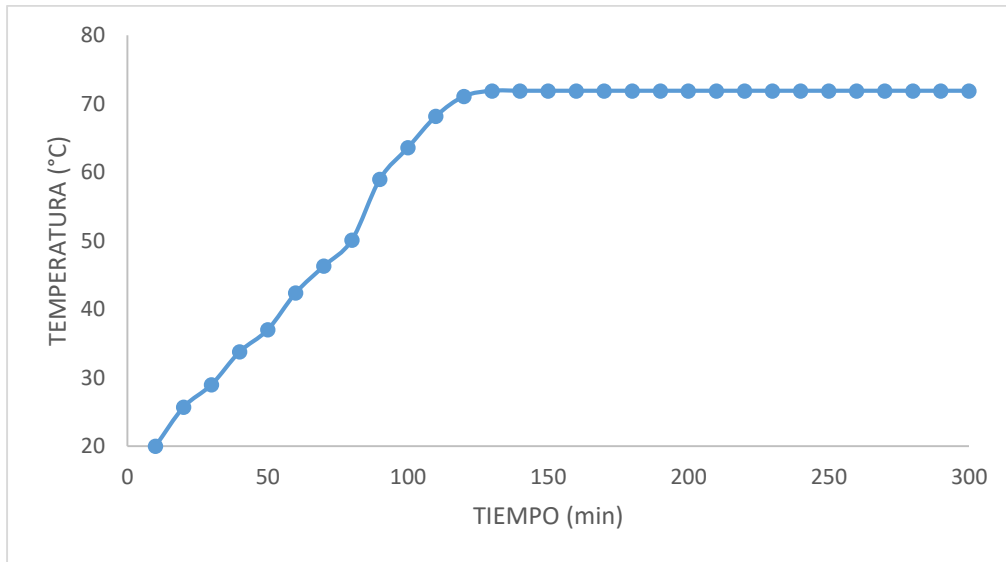
Curva de destilación de la muestra 2



Nota. La figura muestra la curva de destilación de la muestra 2.

Figura 30.

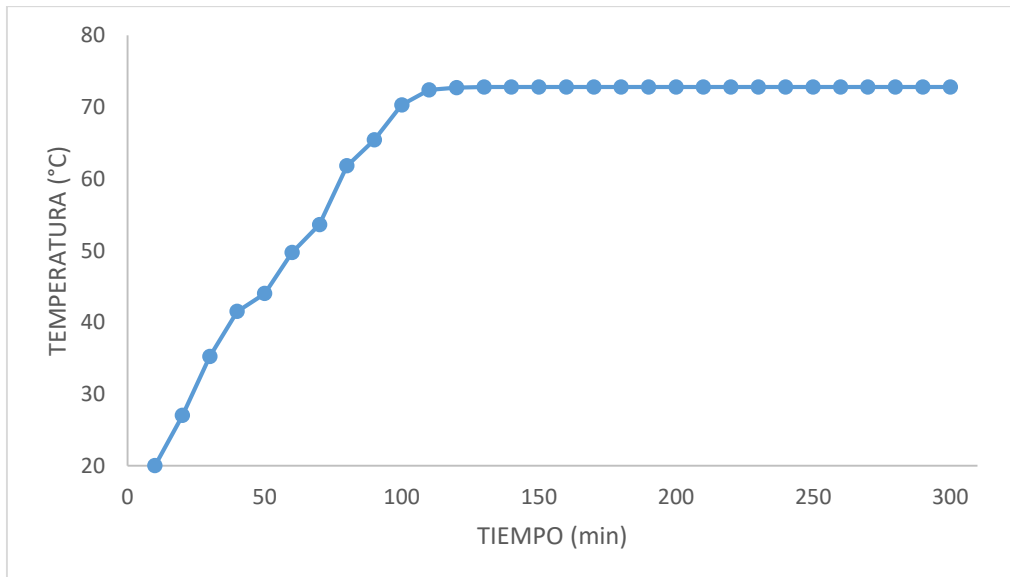
Curva de destilación de la muestra 3



Nota. La figura muestra la curva de destilación de la muestra 3.

Figura 31.

Curva de destilación de la muestra 4



Nota. La figura muestra la curva de destilación de la muestra 4.

5.5 Prueba Folin – Ciocalteu

Este ensayo permite la determinación y cuantificación de sustancias con contenido polifenólico, para esto se utiliza como reactivo el Folin – Ciocalteu siendo su principal componente el ácido fosfotungstico y el ácido fosfomolibdico, de color amarillo. Este reactivo es susceptible de ser reducido por grupos fenólicos a pH básico, dando lugar una coloración azul susceptible de ser determinada espectrofotométricamente [6]. A continuación, se presenta el procedimiento realizado para este ensayo.

5.5.1 Curva de calibración del ácido gálico

Para determinar la cantidad de polifenoles presentes en cada muestra se debe realizar una curva de calibración del ácido gálico, esta funciona como una curva patrón con la cual se podrán comparar los datos obtenidos posteriormente. Esta curva arroja una ecuación esencial, la cual será usada para calcular los polifenoles de las muestras extraídas.

Primero se debe lavar todos los materiales y asegurarse de que estén totalmente secos. Se debe precalentar el baño termostático Memmert W200 serie 880532 ajustando la temperatura a 40°C.

Figura 32.

Baño termostático Memmert W200



Nota. La figura muestra el equipo Baño termostático Memmert W200 usado para la prueba Folin - Ciocalteu.

Se realiza el cálculo de las diluciones correspondientes a la curva de calibración del ácido gálico a partir de diferentes concentraciones de la solución madre.

Tabla 15.

Volumen de las diluciones de ácido gálico a partir de la solución madre

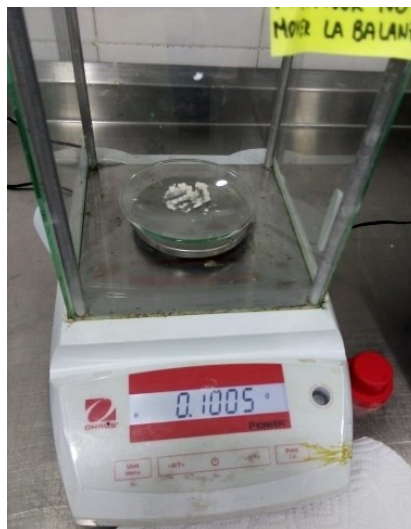
Concentración del ácido gálico (ppm)	Volumen de alícuota (mL)
20	20
40	40
60	60
80	80
100	100

Nota. La tabla muestra el volumen en mL de las diluciones de ácido gálico a partir de la solución madre.

Pesar 100,500 mg de ácido gálico en una balanza analítica, agregarlos en un balón aforado de 1.000 mL y completar el aforo con el disolvente el cual es preparado en un vaso de precipitados de 1.500 mL de los cuales 550 mL son de etanol y 550 mL de agua desionizada. Esta es la solución madre, a partir de la cual se prepararán las siguientes muestras, ácido gálico con 20 mL, 40 mL, 60 mL, 80 mL y 100 mL y de esta forma obtener los datos de absorbancia necesarios para construir la curva de calibración.

Figura 33.

Balanza analítica usada para pesar 100,500 mg de ácido gálico



Nota. La figura muestra la balanza analítica usada para pesar 100,500 mg de ácido gálico con precisión $\pm 0,01$.

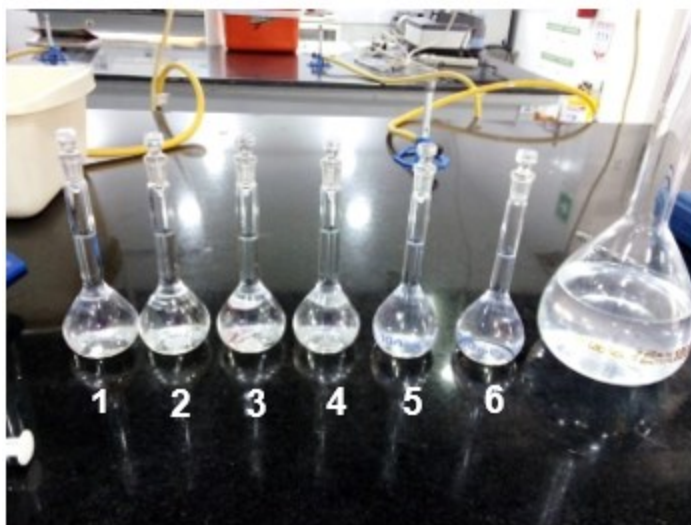
Pesar 5,0006 g de carbonato de sodio en un vidrio de reloj, agregarlos a un balón de 10 mL y completar aforo con agua desionizada. Agitar por 2 minutos o hasta que la muestra se haya diluido completamente. Marcar como carbonato de sodio.

Tomar 6 balones aforados y llenarlos de la siguiente forma:

- Para el 1 se adiciona el disolvente preparado hasta completar el aforo.
- Para el 2 se adicionan 20 mL de la solución madre y se completa el aforo con el disolvente.
- Para el 3 se adicionan 40 mL de la solución madre y se completa el aforo con el disolvente.
- Para el 4 se adicionan 60 mL de la solución madre y se completa el aforo con el disolvente.
- Para el 5 se adicionan 80 mL de la solución madre y se completa el aforo con el disolvente.
- Para el 6 se adicionan 100 mL de la solución madre y se completa el aforo con el disolvente.

Figura 34.

Muestras de ácido gálico al 20%, 40%, 60%, 80% y 100% a partir de la solución madre



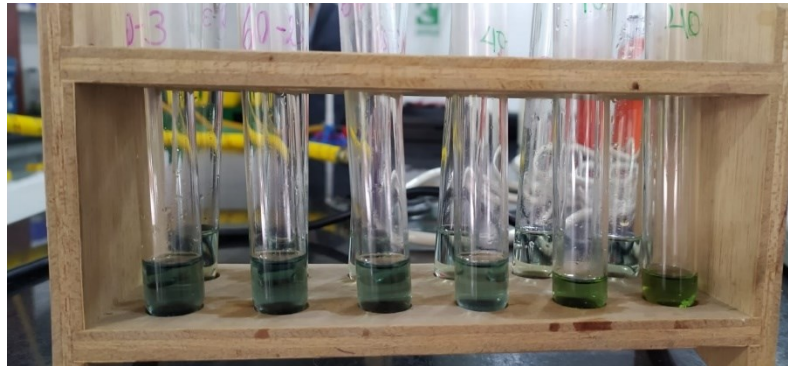
Nota. La figura representa las muestras de ácido gálico al 20%, 40%, 60%, 80% y 100% a partir de la solución madre.

Tomar 18 tubos de ensayo y llenarlos de la siguiente forma:

- Para 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 1 (disolvente), 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Estos serán el blanco de la muestra
- En otros 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 2, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio.
- En 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 3, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio.
- En otros 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 4, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio.
- En 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 5, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio.
- En otros 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra 6, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio.

Figura 35.

Preparación tubos de ensayo para ser llevados al baño termostatado

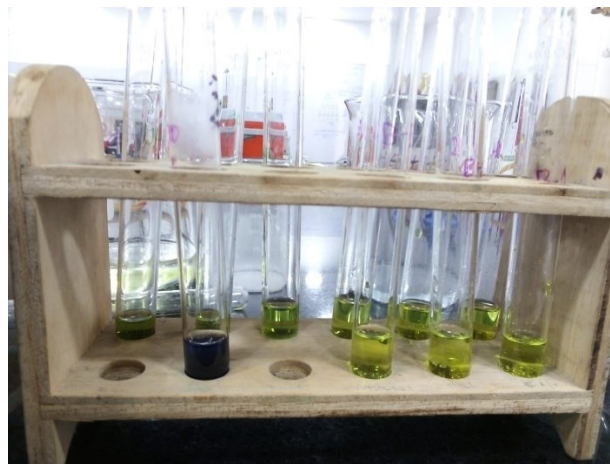


Nota. La figura muestra la preparación tubos de ensayo para ser llevados al baño termostatado.

Llevar los tubos de ensayo al baño termostatado, durante 30 minutos, una vez pasado este tiempo se deben sacar y bajar su temperatura hasta temperatura ambiente.

Figura 36.

Muestras después de salir del baño termostatado



Nota. La figura muestra ingreso de muestras al baño termostatado.

Realizar un barrido espectral en el espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30, agregar en las celdas espectrofotómetro las muestras de los tubos de ensayo y tomar la medida de la absorbancia, tener en cuenta que se debe colocar una muestra de blanco de referencia antes de medir la muestra deseada.

Figura 37.

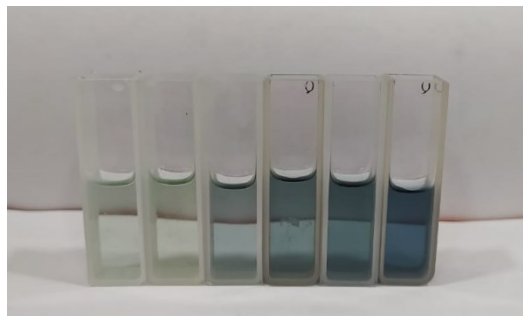
Espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30



Nota. La figura muestra el equipo espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30.

Figura 38.

Muestras usadas para medir la absorbancia en el espectrofotómetro

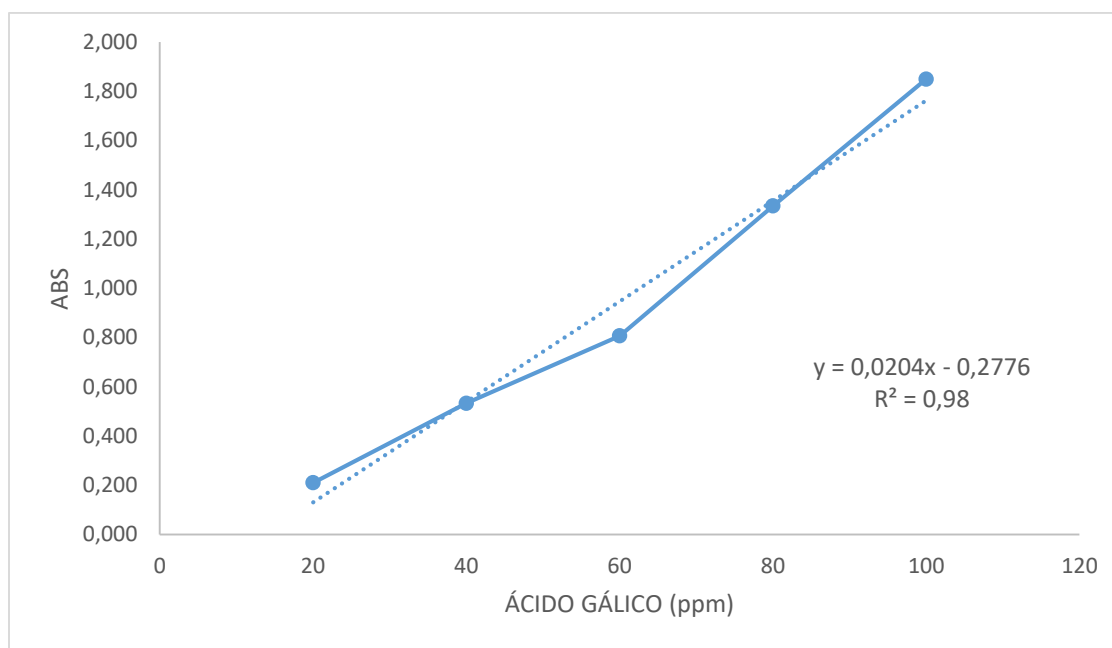


Nota. La figura representa las muestras usadas para medir la absorbancia en el espectrofotómetro.

Con los datos arrojados por el espectrofotómetro se procede a construir la curva de calibración (Figura 39), la cual arroja una ecuación esencial que permitirá dar a conocer el valor de los polifenoles presentes en las muestras preparadas.

Figura 39.

Curva de calibración del ácido gálico



Nota. La figura muestra la curva de calibración del ácido gálico.

5.5.2 Cantidad de polifenoles presentes en cada muestra

Para poder encontrar el valor de la cantidad de polifenoles presentes en las muestras obtenidas, estas se deben acondicionar. Para ello se deben tomar tubos de ensayo y organizarlos de la siguiente forma:

- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra del disolvente (esta muestra varía según la relación de solvente que se tenga inicialmente 96%, 80%, 65%, 50% y 46%), 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Estos serán el blanco de la muestra.

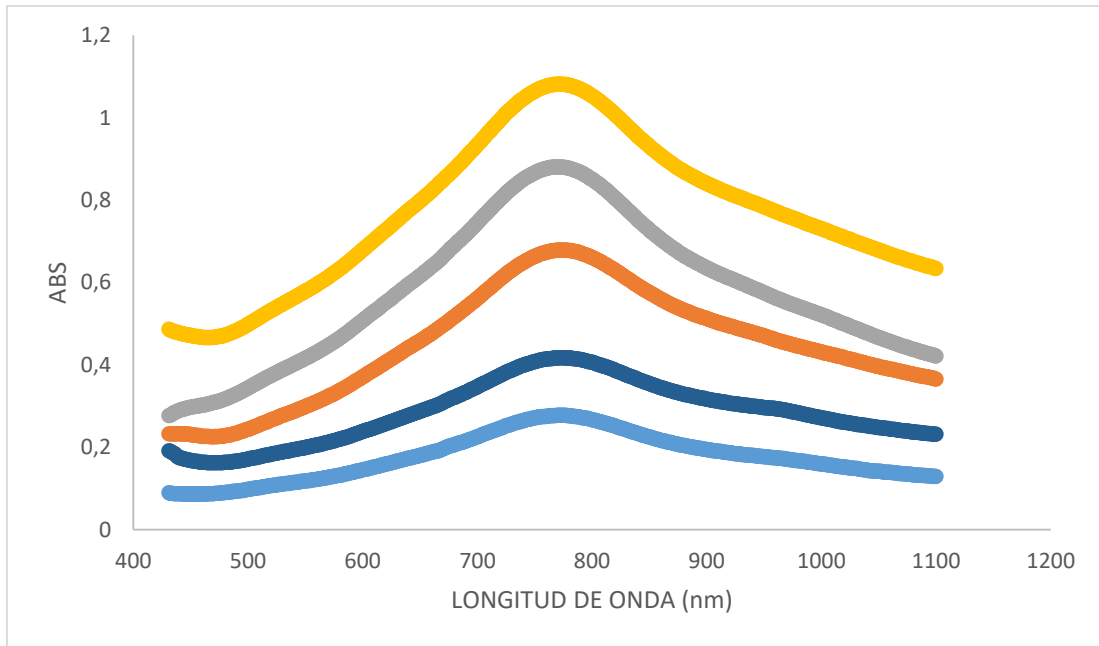
- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra al 96%, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Cada tubo de ensayo contiene la relación de 1:10, 1:20 y 1:30.
- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra al 80%, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Cada tubo de ensayo contiene la relación de 1:10, 1:20 y 1:30.
- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra al 65%, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Cada tubo de ensayo contiene la relación de 1:10, 1:20 y 1:30.
- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra al 50%, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Cada tubo de ensayo contiene la relación de 1:10, 1:20 y 1:30.
- A 3 tubos agregar 200 microlitros de la muestra al 46%, 200 microlitros del reactivo Folin - Ciocalteu y 1.600 microlitros de carbonato de sodio. Cada tubo de ensayo contiene la relación de 1:10, 1:20 y 1:30.

Se realiza el mismo procedimiento que se siguió para la construcción de la curva de calibración del ácido gálico. Los resultados se llevan a cabo por triplicado.

Para encontrar la cantidad de polifenoles de las muestras se debe despejar de la ecuación obtenida de la curva de calibración del ácido gálico la variable x y reemplazar la variable y con el valor de la absorbancia de cada muestra, el valor resultante se expresa en unidades de miligramo de ácido gálico equivalente sobre cien gramos de cáscara de papa seca (mgAGE/100 g de cáscara de papa seca).

Figura 40.

Barrido espectral del ácido gálico



Nota. La figura muestra el barrido espectral del ácido gálico.

La figura 40 muestra los valores obtenidos en el espectrofotómetro, de absorbancia y la respectiva longitud de onda, se observan picos de mayor absorbancia a una longitud de onda de 760 nm, valor en el cual se hace evidente la cantidad máxima de polifenoles presentes en la muestra. La muestra que presenta mayor cantidad de polifenoles es el número 13, es decir, etanol al 46% con una relación muestra solvente de 1:30, arrojando un valor de 378,625 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, frente a las demás concentraciones. Se puede observar que la cantidad de polifenoles depende de la medida de la absorbancia, es decir, a mayor absorbancia mayor es la cantidad de polifenoles presentes en las muestras estudiadas.

Teniendo en cuenta los resultados obtenidos y con el fin de realizar una comparación conceptual del valor de la cantidad de polifenoles, se obtiene la tabla 16 con los datos obtenidos por triplicado de la cantidad de polifenoles presentes en cada muestra analizada, permitiendo así relacionar los datos de literatura encontrada con los obtenidos de forma experimental en el presente trabajo.

Tabla 16.

Resultados de la extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los datos se encuentran en unidades de mgAGE/100g de cáscara de papa seca

		B : Relación soluto/solvente		
		1:10	1:20	1:30
A: Concentración del solvente	Etanol 96%	1,997	41,073	43,168
		1,507	38,805	38,867
		2,714	40,387	48,524
	Etanol 80%	27,883	68,393	143,753
		38,717	71,428	172,260
		38,382	73,219	171,627
	Etanol 65%	83,528	278,949	258,154
		85,454	252,169	269,273
		82,685	255,607	253,100
	Etanol 50%	70,425	132,364	300,814
		56,868	141,797	292,463
		73,092	154,437	304,026
Etanol 46%	139,889	254,078	378,625	
	128,733	265,581	323,027	
		139,889	250,388	339,426

Nota. La tabla muestra los resultados de la extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los datos se encuentran en unidades de mgAGE/100g de cáscara de papa seca.

- Los resultados encontrados en la literatura de la cantidad de polifenoles presentes en la cáscara de papa de la variedad pastusa “parda” fueron en promedio de 126,650 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca [17], utilizando etanol 96% como solvente. Para el presente trabajo la cantidad de polifenoles totales, utilizando la misma concentración de polifenoles es de 28,560 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. La diferencia en los valores obtenidos radica en la forma de cuantificación de los polifenoles, siendo el primero analizado mediante el método HPLC cromatografía líquida de alta resolución, mientras que en el otro valor se midió la cantidad de polifenoles presentes por medio del espectrofotómetro de luz visible.
- La cantidad de polifenoles totales en la cáscara de papa se encuentra entre 11,500 y 79,200 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca [51], para el presente trabajo al tener una

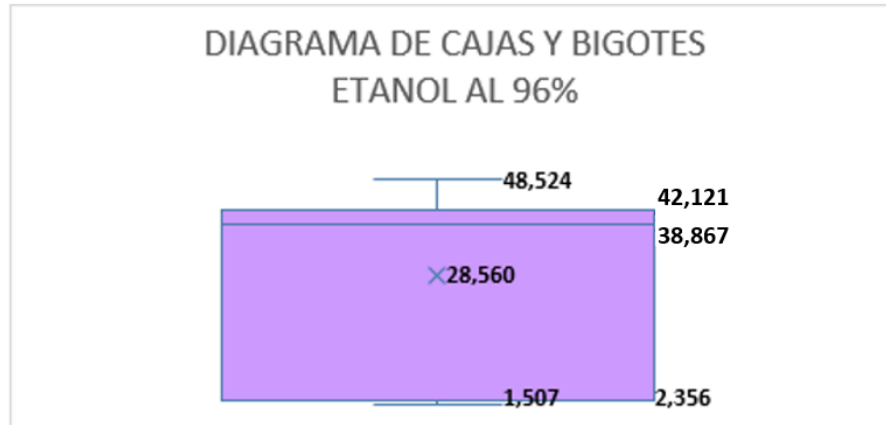
concentración del solvente etanol al 96% y una relación soluto solvente de 1:20 se encuentra un valor 40,088 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y para una relación soluto solvente 1:30 se obtuvo un valor de 43,520 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, estos datos se hallan entre el rango establecido para la cantidad total de polifenoles que deben estar presentes en la cáscara de papa por lo que se puede decir que a esta concentración y dichas relaciones es posible extraer una cantidad óptima de polifenoles.

- Para una concentración del solvente etanol al 80% y una relación soluto solvente de 1:10, 1:20 y 1:30 se tiene un promedio de 89,518 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, según el rango [51] este valor se encuentra por encima del conocido demostrando que en las muestras hay una mayor cantidad de polifenoles, indicando que al usar una concentración de etanol al 80% se obtiene un mejor resultado.
- A una concentración del 65% de etanol y una relación soluto solvente de 1:10, 1:20 y 1:30 se tiene un promedio de 202,102 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, este valor se encuentra por encima del rango [51] haciendo que a esta concentración se obtengan mejores resultados que a 80%.
- Cuando se utiliza una concentración del 50% y una relación soluto solvente de 1:10, 1:20 y 1:30 se tiene un promedio de 169,587 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, este valor se encuentra en un intervalo menor que el obtenido usando una concentración entre el 80% y el 65%, sin embargo, el valor se encuentra por encima del rango encontrado [51].
- En la última concentración del 46% y una relación soluto solvente de 1:10, 1:20 y 1:30 se tiene un promedio de 246,626 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca, logrando que sea la mejor concentración de solvente usada para la cuantificación de polifenoles presentes en la cáscara de papa, demostrando que a concentraciones más bajas de etanol se presentan mejores extracciones y comprobando de este modo que la cantidad de polifenoles totales encontrados en la cáscara de papa es mayor al rango hallado [51].

5.6 Diagrama de cajas y bigotes

Figura 41.

Diagrama de cajas y bigotes etanol al 96%



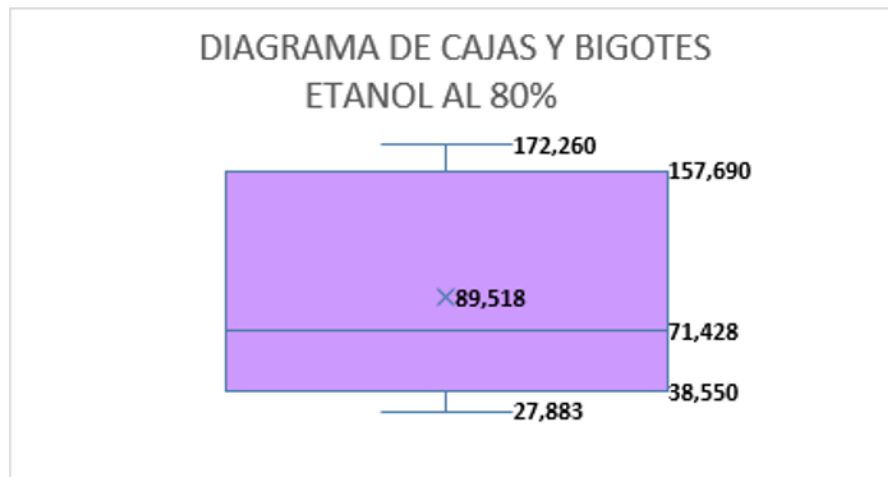
Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes etanol al 96%.

De acuerdo con la figura 41 de cajas y bigotes de etanol al 96% se puede observar que los valores mínimos y máximos se encuentran en los extremos inferior y superior de la caja, arrojando datos de 1,507 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y 48,524 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca respectivamente. El promedio de estos datos es el valor que se encuentra en el centro de la caja, siendo un valor de 28,560 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

La caja se divide en tres cuartiles de los cuales el primero con un valor de 2,356 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el dato mayor que el 25% de los datos de distribución. El segundo cuartil indica la mediana de los datos de distribución con un valor de 38,867 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. El tercer cuartil arrojando un dato de 42,121 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el valor que sobrepasa al 75% de los datos distribución.

Figura 42.

Diagrama de cajas y bigotes etanol al 80%



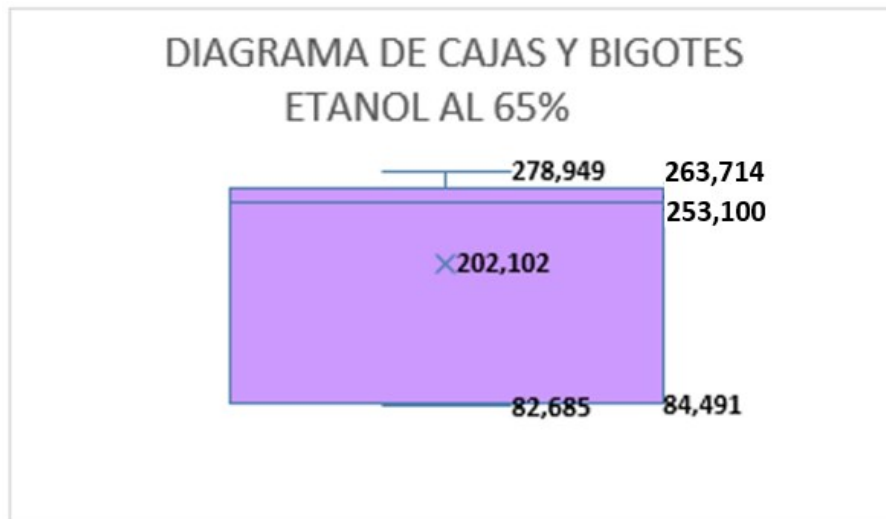
Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes etanol al 80%.

La figura 42 de cajas y bigotes de etanol al 80% muestra que los valores mínimos y máximos se encuentran en los extremos inferior y superior de la caja, arrojando datos de 27,883 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y 172,260 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca respectivamente. El promedio de estos datos es el valor que se encuentra en el centro de la caja, siendo un valor de 89,518 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

La caja se divide en tres cuartiles de los cuales el primero con un valor de 38,550 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el dato mayor que el 25% de los datos de distribución. El segundo cuartil indica la mediana de los datos de distribución con un valor de 71,428 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. El tercer cuartil arrojando un dato de 157,690 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el valor que sobrepasa al 75% de los datos distribución.

Figura 43.

Diagrama de cajas y bigotes etanol al 65%



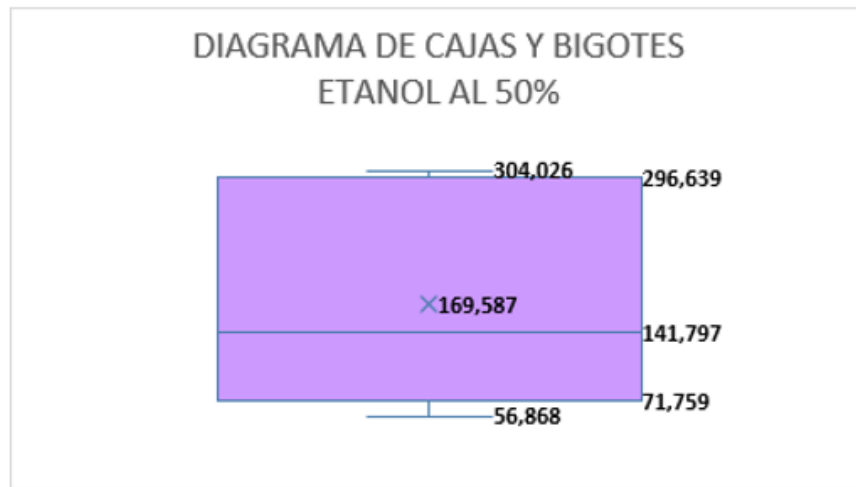
Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes etanol al 65%.

La figura 43 de cajas y bigotes de etanol al 65% muestra que los valores mínimos y máximos se encuentran en los extremos inferior y superior de la caja, arrojando datos de 82,685 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y 278,949 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca respectivamente. El promedio de estos datos es el valor que se encuentra en el centro de la caja, siendo un valor de 202,102 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

La caja se divide en tres cuartiles de los cuales el primero con un valor de 84,491 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el dato mayor que el 25% de los datos de distribución. El segundo cuartil indica la mediana de los datos de distribución con un valor de 253,100 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. El tercer cuartil arrojando un dato de 263,714 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el valor que sobrepasa al 75% de los datos distribución.

Figura 44.

Diagrama de cajas y bigotes etanol al 50%



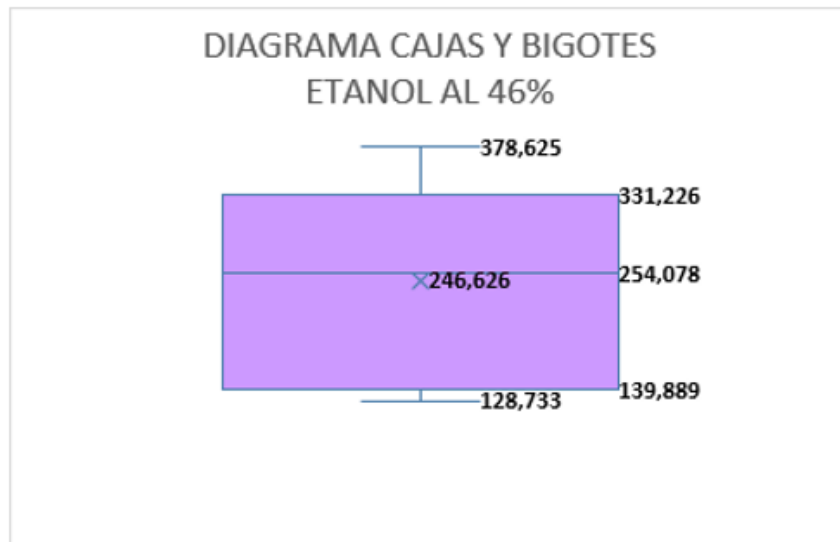
Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes etanol al 50%.

En la figura 44 de cajas y bigotes de etanol al 50% se observa que los valores mínimos y máximos se encuentran en los extremos inferior y superior de la caja, arrojando datos de 56,868 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y 304,026 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca respectivamente. El promedio de estos datos es el valor que se encuentra en el centro de la caja, siendo un valor de 169,587 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

La caja se divide en tres cuartiles de los cuales el primero con un valor de 71,759 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el dato mayor que el 25% de los datos de distribución. El segundo cuartil indica la mediana de los datos de distribución con un valor de 141,797 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. El tercer cuartil arrojando un dato de 296,639 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el valor que sobrepasa al 75% de los datos distribución.

Figura 45.

Diagrama de cajas y bigotes etanol al 46%



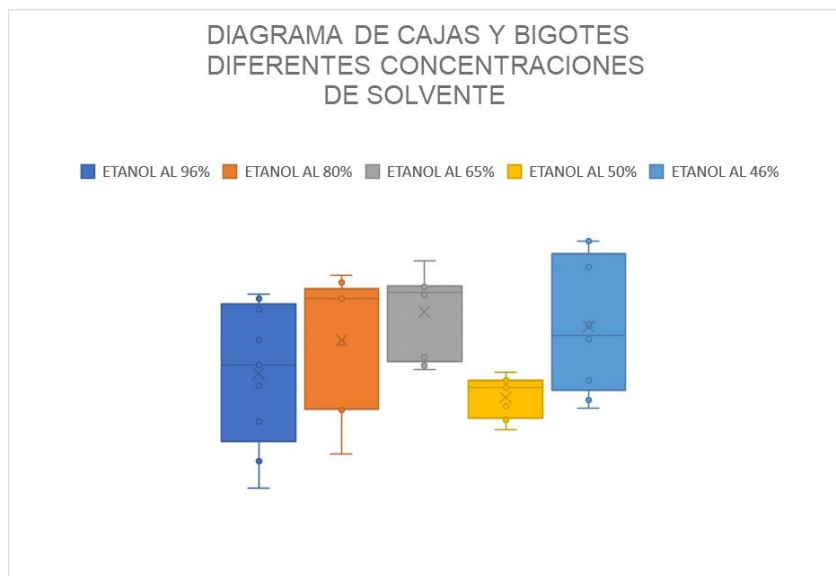
Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes etanol al 46%.

En la figura 45 de cajas y bigotes de etanol al 46% se observa que los valores mínimos y máximos se encuentran en los extremos inferior y superior de la caja, arrojando datos de 128,733 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca y 378,625 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca respectivamente. El promedio de estos datos es el valor que se encuentra en el centro de la caja, siendo un valor de 246,626 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

La caja se divide en tres cuartiles de los cuales el primero con un valor de 139,889 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el dato mayor que el 25% de los datos de distribución. El segundo cuartil indica la mediana de los datos de distribución con un valor de 254,078 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca. El tercer cuartil arrojando un dato de 331,226 mgAGE/100 g de cáscara de papa seca indica el valor que sobrepasa al 75% de los datos distribución.

Figura 46.

Diagrama de cajas y bigotes a diferentes concentraciones de solvente

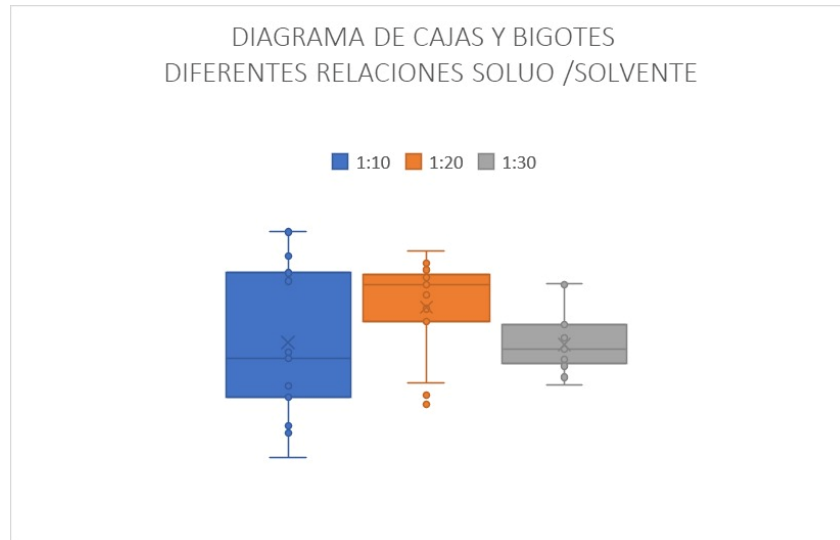


Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes a diferentes concentraciones de solvente.

En la figura 46 muestra el diagrama de cajas y bigotes a diferentes concentraciones de solvente (etanol), se observa una tendencia de desplazamiento de las cajas hacia la parte superior de la figura, indicando que, a una concentración menor de solvente, es decir, etanol al 46% se obtiene una mejor extracción de polifenoles por lo que se presenta una mayor cantidad de los compuestos fenólicos en las muestras. Se evidencia que la diferencia entre el máximo y el mínimo valor, es menor, así como la diferencia entre los cuartiles.

Figura 47.

Diagrama de cajas y bigotes diferentes relaciones soluto solvente



Nota. La figura muestra el diagrama de cajas y bigotes a diferentes relaciones soluto solvente.

La figura 47 evidencia las diferentes relaciones entre soluto y solventes utilizadas en el proceso, 1:10, 1:20 y 1:30, siendo 1:10 la relación más óptima a utilizar en la extracción de polifenoles presentes en la cáscara de papa, ya que muestra mejores resultados con alto contenido fenólico en las muestras evaluadas. Así mismo se ve implicado en la reducción de la cantidad de solvente que se usa en el proceso de extracción.

6. DISEÑO DE EXPERIMENTOS

En este capítulo se muestran los resultados de la cuantificación de polifenoles del proceso de extracción y el correspondiente diseño de experimentos, el cual indica como se ve afectado el proceso al variar la relación soluto solvente de las muestras y la concentración del solvente seleccionado.

6.1 Definición

Los modelos de diseño de experimentos son modelos estadísticos clásicos cuyo objetivo es averiguar si unos determinados factores influyen en una variable de interés y, si existe influencia de algún factor, cuantificar dicha influencia [58].

6.2 Objetivo

El objetivo del diseño de experimentos es estudiar si cuando se utiliza un determinado tratamiento se produce una mejora en el proceso o no. Para ello se debe experimentar aplicando el tratamiento y no aplicándolo. Si la variabilidad experimental es grande, sólo se detectará la influencia del uso del tratamiento cuando éste produzca grandes cambios en relación con el error de observación [58].

6.3 Metodología

La metodología del diseño de experimentos se basa en la experimentación. Es sabido que, si se repite un experimento, en condiciones indistinguibles, los resultados presentan una cierta variabilidad. Si la experimentación se realiza en un laboratorio donde la mayoría de las causas de variabilidad están muy controladas, el error experimental será pequeño y habrá poca variación en los resultados del experimento. Pero si se experimenta en procesos industriales o administrativos la variabilidad será mejor en la mayoría de los casos.

La metodología del diseño de experimentos estudia cómo variar las condiciones habituales de realización de un proceso empírico para aumentar la probabilidad de detectar cambios significativos en la respuesta; de esta forma se obtiene un mayor conocimiento del comportamiento

del proceso de interés. Para que la metodología de diseño de experimentos sea eficaz es fundamental que el experimento esté bien diseñado [58].

6.4 ¿Por qué se realiza?

Un experimento se realiza por alguno de los siguientes motivos:

- Determinar las principales causas de variación en la respuesta.
- Encontrar las condiciones experimentales con las que se consigue un valor extremo en la variable de interés o respuesta.
- Comparar las respuestas en diferentes niveles de observación de variables controladas.
- Obtener un modelo estadístico - matemático que permita hacer predicciones de respuestas futuras [58].

6.5 Desarrollo del diseño de experimentos

Se realizó la prueba de Folin - Ciocalteu para determinar la cantidad de polifenoles presentes en las 15 muestras extraídas, este proceso se realizó por triplicado.

- **Objetivo de experimentación:** extracción de polifenoles de la cáscara de papa
- **Variable respuesta:** cantidad de polifenoles extraídos en mgAGE/100 g de cáscara de papa seca
- **Variables y niveles de influencia:** se tienen dos variables, concentración del solvente y relación soluto solvente
 - Factor A: Concentración del solvente
 - $H_0 \alpha=0$ No hay efecto del cambio de concentración del solvente en la cantidad de polifenoles presentes
 - $H_1 \alpha \neq 0$ Hay efecto del cambio de concentración del solvente en la cantidad de polifenoles presentes
 - Factor B: Relación soluto solvente
 - $H_0 \beta=0$ No hay efecto de la relación soluto solvente en la cantidad de polifenoles presentes

$H_1 \beta \neq 0$ Hay efecto de la relación soluto solvente en la cantidad de polifenoles presentes

- Interacción de AB

$H_0 \alpha\beta=0$ No hay efecto en la interacción entre concentración del solvente y la relación soluto solvente en la cantidad de polifenoles presentes

$H_1 \alpha\beta \neq 0$ Hay efecto en la interacción entre concentración del solvente y la relación soluto solvente en la cantidad de polifenoles presentes

Tabla 17.

Resultados experimentales del proceso de extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los resultados se encuentran en unidades de mgAGE/100 g de cáscara de papa seca

		B : Relación soluto/solvente		
		1:10	1:20	1:30
A: Concentración del solvente	Etanol 96%	1,997	41,073	43,168
		1,507	38,805	38,867
		2,714	40,387	48,524
	Etanol 80%	27,883	68,393	143,753
		38,717	71,428	172,260
		38,382	73,219	171,627
	Etanol 65%	83,528	278,949	258,154
		85,454	252,169	269,273
		82,685	255,607	253,100
	Etanol 50%	70,425	132,364	300,814
		56,868	141,797	292,463
		73,092	154,437	304,026
Etanol 46%	139,889	254,078	378,625	
	128,733	265,581	323,027	
		139,889	250,388	339,426

Nota. La tabla muestra los resultados del diseño experimental del proceso de extracción de polifenoles a partir de la cáscara de papa, los resultados se encuentran en unidades de mgAGE/100 g de cáscara de papa seca.

Tabla 18.

Análisis de varianza ANOVA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Muestra (SCA)	277232,028	4	69308,007	586,964	5,164E-28	2,690
Columnas (SCB)	187693,968	2	93846,984	794,783	1,037E-26	3,316
Interacción (SCAB)	55624,307	8	6953,038	58,885	3,124E-16	2,266
Total	524092,664	44				

Nota. La tabla muestra el análisis de varianza ANOVA para el diseño de experimentos.

Teniendo en cuenta la tabla 18 y con un nivel de significancia del 95%, se obtienen los siguientes datos para el valor crítica de F

- V. Crítico para F_A : 2,690 No hay evidencia para aceptar la hipótesis nula, debido a que existen diferencias significativamente estadísticas del cambio de concentración del solvente en la cantidad de polifenoles presentes.
- V. Crítico para F_B : 3,316 No hay evidencia para aceptar la hipótesis nula, debido a que existen diferencias significativamente estadísticas entre las relaciones soluto solvente.
- V. Crítico para F_{AB} : 2,266 No hay evidencia para aceptar la hipótesis nula, debido a que existen diferencias significativamente estadísticas entre las concentraciones del solvente y las relaciones soluto solvente.

Estos resultados indican que de acuerdo a la concentración de solvente que se maneje y la relación soluto – solvente, existe una relación directamente proporcional con el resultado de la extracción en la cantidad de polifenoles presentes en las muestras.

7. MODELO MATEMÁTICO DEL PROCESO DE EXTRACCIÓN SOXHLET

Este capítulo permite la comprensión del proceso de extracción Soxhlet mediante el uso de un modelo matemático básico, el cual tiene como propósito la comprensión del fenómeno de la extracción y mediante la definición y su aplicación a través del desarrollo de ecuaciones y resultados gráficos con su respectivo análisis, permitiendo encontrar la cantidad de polifenoles presentes a lo largo del tiempo de extracción.

7.1 Definición

Un modelo matemático es una representación simplificada, a través de ecuaciones, funciones o fórmulas matemáticas, de un fenómeno o de la relación entre dos o más variables. La rama de las matemáticas que se encarga de estudiar las cualidades y estructura de los modelos es la llamada “teoría de los modelos” [41].

7.2 ¿Para qué sirve?

Los modelos matemáticos son utilizados para analizar la relación entre dos o más variables. Pueden ser implementados para entender fenómenos naturales, sociales, físicos, etc. Dependiendo del objetivo buscado y del diseño del mismo modelo pueden servir para predecir el valor de las variables en el futuro, hacer hipótesis, evaluar los efectos de una determinada política o actividad, entre otros objetivos.

Aunque parezca un concepto teórico, en realidad hay muchos aspectos de la vida cotidiana regidos por modelos matemáticos. Lo que ocurre es que no son modelos matemáticos enfocados a teorizar. Al contrario, son modelos matemáticos formulados para que algo funcione [41].

7.3 Modelo matemático de la extracción Soxhlet

Se utilizó como referencia el artículo “Modeling of *Andrographolide* extraction” para construir el modelamiento matemático básico de la extracción Soxhlet; se presentan las suposiciones y el volumen de control para su desarrollo.

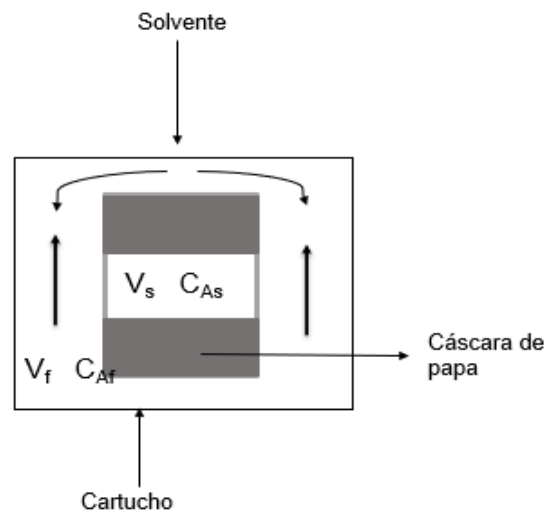
7.3.1 Suposiciones:

- Cada partícula de cáscara de papa es simétrica y homogénea.
- El coeficiente de transferencia de masa es constante en todos los experimentos.
- El solvente en el extractor está perfectamente mezclado, la resistencia de transferencia en la fase líquida es insignificante y la concentración de polifenoles en el solvente depende solo del tiempo.
- La transferencia de polifenoles es un fenómeno de difusión e independientemente del tiempo.
- En la interfaz, la concentración de polifenoles en la solución entre el líquido interno (en los poros) y externo son iguales.
- El volumen es constante.

7.3.2 Volumen de control

Figura 48.

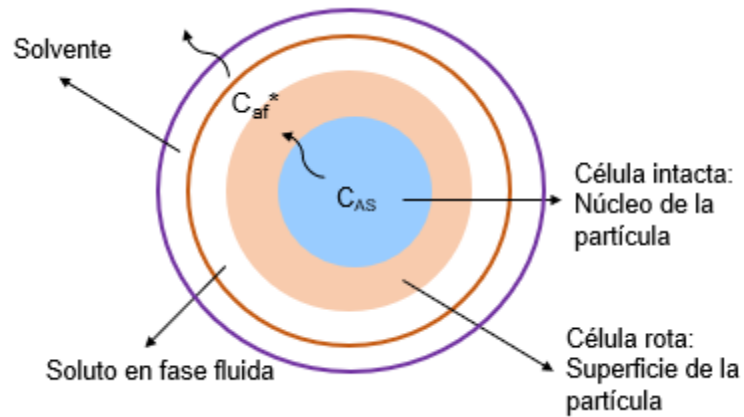
Volumen de control del extractor Soxhlet para el modelo matemático



Nota. La figura muestra el volumen de control del extractor Soxhlet para el modelo matemático. Fuente. Elaboración propia con base a A. Kumoro. y M. Hasan, “Modelling of Andrographolide extraction from *Andrographis Paniculata* leaves in a Soxhlet extractor”, Kuala Lumpur, Malaysia, 2006. [PDF]. Disponible: http://eprints.undip.ac.id/246/1/CPE78_-_Masitah_Hasan.pdf [Acceso: noviembre 10, 2021]

Figura 49.

Cambio de concentración a lo largo de la extracción Soxhlet



Nota. La figura muestra el cambio de concentración a lo largo de la extracción Soxhlet.

Donde:

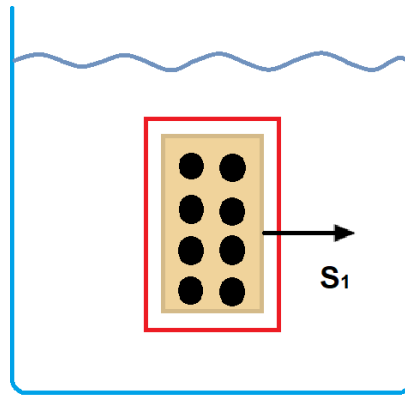
- K_{sa} : coeficiente volumétrico total de transferencia de masa sólido – líquido
- V_s : volumen total de las partículas sólidas
- C_{af}^* : la concentración de saturación del soluto en la fase líquida, que es igual a la concentración de equilibrio del soluto en la superficie sólida
- k : coeficiente de adsorción de equilibrio
- C_{AS} : concentración de polifenoles en las partículas de cáscara de papa

7.3.3 Desarrollo del modelo matemático básico

- El balance de moles de polifenoles total de soluto en las partículas de la cáscara de papa (mol polifenol/s)

Figura 50.

Volumen de control del balance de moles del cartucho



Nota. La figura muestra el volumen de control del balance de moles del cartucho dentro del solvente el cual contiene la cáscara de papa molida.

$$\cancel{Entra} - \cancel{Sale} + \cancel{Generación} = \cancel{Acumulación}$$

$$-Sale = Acumulación$$

$$\cancel{F_{Ao}} - F_A + \cancel{G_A} = \frac{d(V_s * C_{AS})}{dt}$$

$$\int_0^V r_A dV = - \frac{d(V_s * C_{AS})}{dt}$$

$$r_A V = - \frac{d(V_s * C_{AS})}{dt}$$

$$r'_A = r_A V$$

$$r'_A = -\frac{d(V_s * C_{AS})}{dt} \quad [3]$$

- Basado en la suposición que el soluto esta uniformemente distribuido en la fase sólida, el balance de moles para el soluto en la fase sólida puede ser escrito como:

$$\frac{d(V_s * C_{AS})}{dt} = V_s * \frac{dC_{AS}}{dt} + C_{AS} * \frac{dV_s}{dt} \quad [4]$$

- Dado que el contenido de soluto en las partículas de cáscara de papa es muy pequeño, las partículas de cáscara de papa no se encogen después de que el soluto se libera en el disolvente líquido. Por lo tanto, la ecuación [4] se puede simplificar en:

$$\frac{d(V_s * C_{AS})}{dt} = V_s * \frac{dC_{AS}}{dt} \quad [5]$$

- Se reemplaza la ecuación [3] en la ecuación [5]

$$r_A = -V_s * \frac{dC_{AS}}{dt} \quad [6]$$

Cuando un material soluto se transfiere de una fase a otra a través de una interfase que separa a los dos, la resistencia a la transferencia de masa en cada fase provoca un gradiente de concentración en cada fase [43]. Sin embargo, una sólida película de transferencia de masa en la interfase es adecuada para representar un sistema que implica transferencia de masa sólido – líquido o gas – sólido [44].

En este trabajo no se midió el área total de la superficie de transferencia de masa de la cáscara de papa, por lo tanto, el concepto de flujo a transferencia de masa de soluto por unidad de superficie

no es aplicable. Como se sugirió en la literatura [44] el coeficiente de transferencia de masa volumétrica (k_{sa}) será introducido en este problema para su solución.

- La transferencia de masa volumétrica de soluto desde la superficie de la partícula sólida al líquido a es dada por:

$$r_A = k_{sa} * V_s * (C_{AS} - C_{Af}^*) \quad [7]$$

Donde:

- K_{sa} : coeficiente volumétrico total de transferencia de masa sólido – líquido
 - V_s : volumen total de las partículas sólidas
 - C_{af}^* : la concentración de saturación del soluto en la fase líquida, que es igual a la concentración de equilibrio del soluto en la superficie sólida
 - r_A : Transferencia de masa constante
- Se reemplaza la ecuación [6] en la [7]

$$k_{sa} * V_s * (C_{AS} - C_{Af}^*) = -V_s * \frac{dC_{AS}}{dt}$$

$$k_{sa} * (C_{AS} - C_{Af}^*) = -\frac{dC_{AS}}{dt} \quad [8]$$

- La interfase de transferencia de masa entre la superficie sólida y líquida es asumida como muy rápida causando la no acumulación del soluto en la interfase sólida – líquido y por lo tanto la concentración de soluto en la interfase sólida esta siempre en equilibrio con la concentración del soluto en el líquido a granel. La correlación lineal fue supuesta para esta representación:

$$C_{Af}^* = k * C_{AS} \quad [9]$$

Donde:

- k : coeficiente de adsorción de equilibrio
 - C_{AS} : concentración de polifenoles en las partículas de cáscara de papa
- Se reemplaza la ecuación [9] en la [8]

$$\frac{dC_{AS}}{C_{AS}} = -[k_{sa} * (1 - k)]dt \quad [10]$$

- Integración de la ecuación [10] desde $t=0$ a $t=t$ y $C_{AS}=C_{AS0}$ a $C_{AS}=C_{AS}$ resulta en la siguiente ecuación:

$$\int_{C_{AS0}}^{C_{AS}} \frac{dC_{AS}}{C_{AS}} = \int_0^t -[k_{sa} * (1 - k)]dt$$

$$C_{AS} = C_{AS0} * e^{-k_{sa}(1-k)t} \quad [11]$$

- Dado que el valor de $k_{sa}(1-k)$ es siempre constante a lo largo de todo el proceso, este valor fue tomado como una constante (D). La cantidad de soluto recolectado en fase líquido se calcula usando la siguiente ecuación:

$$E_s = V_s * (C_{AS0} - C_{AS}) \quad [12]$$

- Se reemplaza la ecuación [11] en la [12]

$$E_s = V_s * C_{AS0}(1 - e^{-Dt}) \quad [13]$$

- Dado que $V_s * C_{ASo}$ es el contenido inicial del soluto en las partículas de cáscara de papa y este no cambia a través del tiempo, se toma como una constante (B). La forma final de la ecuación obtenida es:

$$E_s = B * (1 - e^{-Dt}) \quad [14]$$

Donde:

- E_s : extracto total (g)
- t : tiempo de extracción (s)
- B : $V_s * C_{ASo}$
- D : $k_{sa}(1-k)$

Para el hallar valor de las constantes D y B se utilizó la función objetivo o solver del software Excel, la cual es la sumatoria de la diferencia de los resultados del extracto total experimental y calculado por cada tiempo elevado al cuadrado y dividiendo todo entre 10 (cantidad de datos). Para E_s experimental se realizó la extracción Soxhlet, donde cada media hora se tomaba una muestra presente en el extractor Soxhlet para determinar la cantidad de polifenoles presentes utilizando el método Folin-Ciocalteu. Con los datos calculados y los datos obtenidos experimentalmente se obtiene la figura 51

Tabla 19.

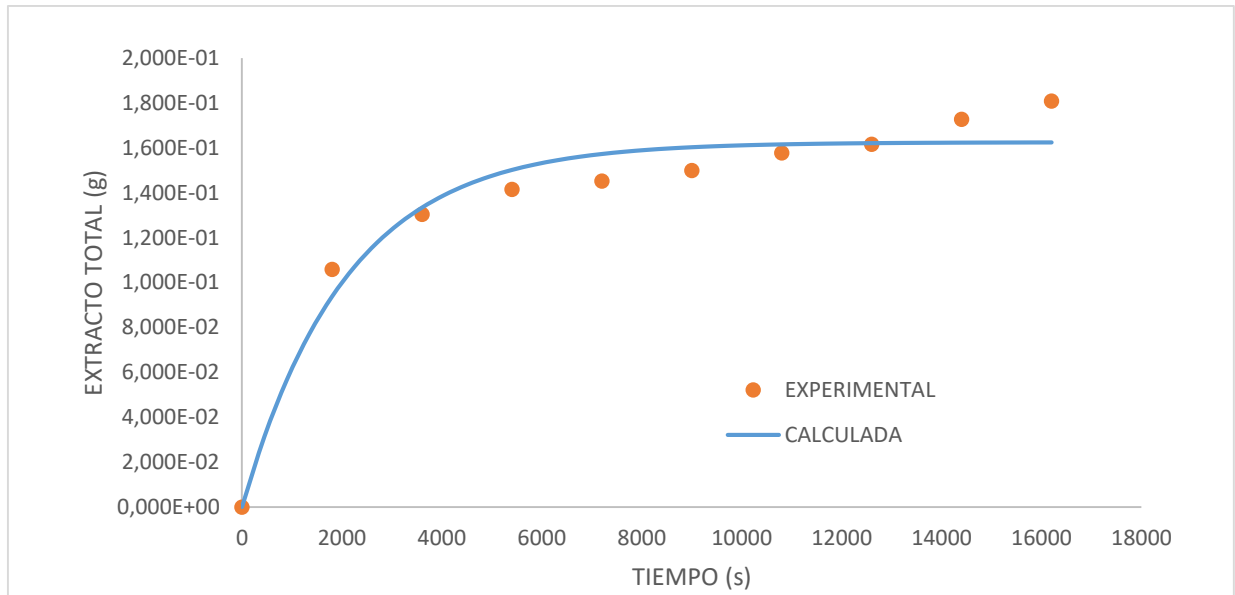
Resultados calculados y experimentales del modelo matemático

t (s)	CALCULADA	EXPERIMENTAL		DIFERENCIA
	Es (g)	Es (g/cm ³)	Es (g)	
0	0,000E+00	0,000E+00	0,000E+00	0,00E+00
1800	3,556E-02	3,530E-04	1,059E-01	1,24E-03
3600	6,179E-02	4,350E-04	1,305E-01	3,76E-03
5400	8,114E-02	4,720E-04	1,416E-01	6,51E-03
7200	9,542E-02	4,840E-04	1,452E-01	9,01E-03
9000	1,060E-01	5,000E-04	1,500E-01	1,11E-02
10800	1,137E-01	5,260E-04	1,578E-01	1,28E-02
12600	1,195E-01	5,390E-04	1,617E-01	1,41E-02
14400	1,237E-01	5,760E-04	1,728E-01	1,52E-02
16200	1,268E-01	6,030E-04	1,809E-01	1,59E-02

Nota. La tabla muestra los resultados calculados y experimentales del modelo matemático.

Figura 51.

Extracto total de los polifenoles presentes en la cáscara de papa pastusa



Nota. La tabla muestra los resultados calculados y experimentales del modelo matemático.

Como se puede observar en la figura 51 a medida que va transcurriendo el tiempo la cantidad de polifenoles presentes va aumentando porque existe un mayor tiempo de contacto entre el cartucho que contiene la muestra pulverizada y la mezcla de solventes, debido a que este puede incorporarse repetidamente en el núcleo de la partícula de la cáscara de papa donde se encuentra la mayor concentración de polifenoles, logrando una mejor extracción del compuesto de interés.

Se observó que al inicio del proceso Soxhlet la extracción se realizó con mayor rapidez, debido a la diferencia de concentración entre la muestra contenida en el cartucho sin el contacto del solvente y con el contacto del solvente, es decir, la diferencia de concentración de la muestra tanto en la fase sólida como en la líquida; este se denomina comúnmente como la fuerza impulsora de la transferencia de masa

En el desarrollo del modelo matemático el valor de la constante D , utilizada en la ecuación [14] para hallar el extracto total (E_S) es encontrado para la cáscara de la papa mediante la función objetivo, debido a que este valor cambia según la materia prima y los solventes utilizados en el proceso.

8. ANÁLISIS DE RESULTADOS

En esta sección se discutirán los resultados obtenidos a largo del trabajo de extracción de polifenoles presentes en la cáscara de papa mediante el método de extracción Soxhlet, desde el montaje, la parte experimental en el laboratorio, temperatura de extracción y destilación hasta el modelo matemático básico del proceso.

El condensador permite que se regule la temperatura del sistema, esto ocurre debido a que la temperatura de vapor del solvente que se encuentra en el balón debe ser mayor a la temperatura de vapor del condensado para que el solvente mantenga su temperatura y no existan aumentos o disminuciones de la misma evitando que ocurran aumentos bruscos de temperatura.

Al realizar la curva de destilación para analizar el cambio de la temperatura respecto al tiempo en esta operación, se llegó a una temperatura máxima de 75°C a la cual el proceso fue óptimo. Al incrementar esta temperatura, uno de los montajes presentó una fuerte ebullición dentro del balón el cual contenía el solvente, haciendo que este ascendiera por el condensador, afectando la destilación en curso; en el otro montaje, al aumentar la temperatura quemó la muestra que se encontraba dentro del balón perdiendo el producto final.

Se realizó la gráfica de la variación de la temperatura y el tiempo de la extracción por el método Soxhlet para llevar el registro de la temperatura a lo largo del proceso, por medio de una termocupla ubicada en el interior de uno de los extremos de un balón de dos bocas, este registró una temperatura máxima del proceso de 82°C justo antes de realizar una sifonada en la extracción, cuando ocurre el ciclo baja su temperatura a los 76°C, para iniciar nuevamente el proceso del llenado en el extractor Soxhlet, regresando a la temperatura máxima.

Se llevó a cabo la elaboración de la curva de calibración del ácido gálico, midiendo la absorbancia a diferentes longitudes de onda de las disoluciones propuestas, usando el espectrofotómetro de luz visible Thermo Genesys 30, esto con el fin de obtener un patrón que permita la cuantificación de los polifenoles de las muestras obtenidas.

La muestra que presentó mayor cantidad de polifenoles totales con 378,625 mgAGE/100g de cáscara de papa seca fue la mezcla de solventes entre etanol al 46% y agua al 54%, con una relación de soluto solvente de 1:30. Según este resultado y lo evidenciado en el diseño de experimentos, la

concentración de los solventes y su relación afecta la cantidad de polifenoles presentes en la cáscara de papa.

Los resultados del extracto total calculados y de forma experimental del modelo matemático presentan una tendencia similar donde se evidencia que a medida que el tiempo de extracción va aumentando, la cantidad de polifenoles es mayor. Sin embargo, es necesario realizar una separación entre el solvente utilizado y los polifenoles para tener una mayor concentración de este producto y así aumentar la presencia de estos compuestos.

En los primeros ensayos de la extracción Soxhlet no se utilizaba el aceite mineral, esto género que no existiera un control en la temperatura de trabajo; permitiendo que el solvente concentrado en el balón presentara una fuerte ebullición, la cual hacía que el solvente subiera por el brazo de alimentación Soxhlet llegando al cartucho que contenía la muestra y perdiendo así el arrastre por vapor, ocasionando que el solvente que se encontraba en el extractor Soxhlet se combinara con el que subía por el brazo por lo que se presentaba una descarga hacia el balón, evitando que se realizara un ciclo completo.

9. CONCLUSIONES

Las variables que se ven involucradas en el proceso de extracción Soxhlet son el tamaño de las partículas sólidas, la naturaleza del solvente, la temperatura y agitación del proceso; cada uno de estos factores representa la interacción que se genera entre la partícula de la cáscara de papa (solute) y la mezcla de solventes etanol-agua. Al tener controladas estas variables se genera una óptima extracción sólido-líquido.

Se identificó el parámetro de la solubilidad para determinar el enfoque de la termodinámica de este proceso, debido a que es una propiedad característica de un sólido en una mezcla de solventes y su comprensión se vuelve relevante en el desarrollo del fundamento del proceso de extracción por el método Soxhlet. Se utiliza el ácido gálico como un referente de los polifenoles en este trabajo, lo cual nos permite llegar a conjeturar que en las muestras extraídas la composición de la solución presente en el balón usado en la extracción Soxhlet, además de contener polifenoles, tiene sustancias no polifenólicas como lo son azúcares, ácidos orgánicos y grasas que llegan a afectar la medición de la cantidad de polifenoles.

Para una extracción óptima de polifenoles la relación a partir de la cual se obtienen la mayor cantidad de estos compuestos es la mezcla de solventes entre etanol al 46% y agua al 54%, con una relación de soluto/solvente de 1:30 obteniendo una cantidad de polifenoles totales con 378,625 mgAGE/100g de cáscara de papa seca. Evidenciando que la concentración de los solventes y su relación con la muestra usada afectan significativamente la extracción y por ende la cantidad de polifenoles obtenidos de la cáscara de papa.

Al realizar la extracción de los polifenoles por el método Soxhlet, se puede concluir que no solo basta con el estudio de la solubilidad del ácido gálico para comprobar la relación a la cual se da la mejor extracción de polifenoles, por el contrario, se deben analizar más factores como la afinidad entre los polifenoles y el solvente a trabajar, la polaridad del solvente, tiempo, temperatura y el método de extracción seleccionado para el proceso.

La función objetivo se realiza con el fin de encontrar los valores de B con un valor de 0,162 g y D de $4,770E10^{-4}$ datos correspondientes a la materia prima utilizada (cáscara de papa) y solvente (agua-etanol); así al realizar la gráfica del modelamiento matemático básico de la extracción Soxhlet, con los valores calculados y experimentales se evidencia que a medida que va

transcurriendo el tiempo la cantidad de polifenoles presentes en la muestra va aumentando, sin embargo, a mayor temperatura y tiempo de extracción se puede presentar una oxidación de estos.

10. RECOMENDACIONES

Para obtener resultados más exactos en el modelamiento matemático se recomienda realizar varios montajes de la extracción Soxhlet, uno por cada tiempo a analizar para tomar la muestra requerida y realizar la cuantificación de polifenoles; así se garantiza que no existe un aumento o disminución de temperatura cada media hora.

Realizar las pruebas de capacidad antioxidante para analizar el nivel que tienen los polifenoles de prevenir la oxidación de otras moléculas y de este modo conocer si existe una relación entre la cantidad de polifenoles presentes y la capacidad antioxidante.

Se recomienda realizar un proceso de tratamiento a las muestras obtenidas con el fin de eliminar impurezas presentes, ya que estas pueden contener algunas sustancias no fenólicas, como azúcares, ácidos orgánicos y grasas.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] R. G. Dos Santos, P. Ventura, J. C. Bordado, and M. M. Mateus, “Valorizing potato peel waste: An overview of the latest publications,” *Rev. Environ. Sci. Biotechnol.*, vol. 15, no. 4, pp. 585–592, 2016, DOI: 10.1016/j.ijhydene.2010.09.096 [Acceso: julio 14, 2021]
- [2] A. Javed, A. Ahmad, A. Tahir, U. Shabbir, M. Nouman, and A. Hameed, “Potato peel waste its nutraceutical, industrial and biotechnological applications,” *AIMS Agric. Food*, vol. 4, no. 3, pp. 807–823, 2019, DOI: 10.3934/agrfood.2019.3.807 [Acceso: julio 14, 2021]
- [3] Señor de Sipán, “Obtención de azúcares reductores a partir de cáscara de papa (*Solanum tuberosum*) por hidrólisis química y enzimática”. Universidad señor de Sipán, [En línea]. Disponible:
<https://repositorio.uss.edu.pe/bitstream/handle/20.500.12802/5777/Cieza%20Garc%C3%ADa%20%26%20Diaz%20Rodriguez.pdf?sequence=1&isAllowed=y> [Acceso: julio 14, 2021]
- [4] R. Prada Ospina., “Alternativa de aprovechamiento eficiente de recursos biodegradables”, Bogotá, Colombia, 2012. [PDF]. Disponible:
<https://www.redalyc.org/pdf/206/20626818005.pdf> [Acceso: julio 29, 2021]
- [5] L. N. Alvarado Carmona, “Uso de las Cáscaras de Papa como Coagulante Natural en el Tratamiento de Aguas Potables de la Planta La Diana”, *Rev. Especializada en Ingeniería de Procesos en Alimentos y Biomateriales.*, vol. 6, pp. 115, 2012, DOI: <https://doi.org/10.22490/issn.2539-4088> [Acceso: julio 29, 2021]
- [6] Escuela de ingeniería agroindustrial, “Influencia De La Hidrólisis Química en las características fisicoquímicas y funcionales de los residuos industriales de papa, camote y yuca”. Universidad nacional del Santa, [En línea]. Disponible:
<http://repositorio.uns.edu.pe/bitstream/handle/UNS/3053/47038.pdf?sequence=1&isAllowed=y> [Acceso: julio 29, 2021]
- [7] V. Guntero, M. Longo, S. Ciparicci, R. Martini, y A. Andreatta, “Comparación de métodos de extracción de polifenoles a partir de residuos de la industria vitivinícola”, Córdoba,

- Argentina, 2015. [PDF]. Disponible: https://www.aaiq.org.ar/SCongresos/docs/06_029/papers/05c/05c_1775_727.pdf [Acceso: julio 29, 2021]
- [8] H. Y. Gebrechristos y W. Chen, “Utilization of potato peel as eco-friendly products: A review,” *Food Sci. Nutr*, vol. 6, no. 6, pp. 1352–1356, 2018, DOI: 10.1002/fsn3.691 [Acceso: julio 29, 2021]
- [9] F. Gaviria., L. Mejia., M. Castro. y E. Gómez., “Pérdida y Desperdicio de alimentos en Colombia”, Bogotá, Colombia, 2016. [PDF]. Disponible: https://colaboracion.dnp.gov.co/CDT/Sinergia/Documentos/Estudio_Perdidas_desperdicios_alimentos_Ficha.pdf [Acceso: agosto 12, 2021]
- [10] Univerisdad de Guayaquil, “Obtención de diferentes productos alimenticios (hamburguesas y embutidos) a partir de residuos orgánicos (cáscara de papa)”. Universidad de Gauyaquil, [En línea]. Disponible: <http://repositorio.ug.edu.ec/bitstream/redug/3649/1/1110.pdf> [Acceso: agosto 12, 2021]
- [11] E. Nakilcioğlu-Taş. y S. Ötleş, “The optimization of solid–liquid extraction of polyphenols from olive stone by response surface methodology,” *J. Food Measure*, vol. 13, no. 2, pp. 1497–1507, 2019, DOI: <https://doi.org/10.1007/s11694-019-00065-z> [Acceso: agosto 12, 2021]
- [12] W. Muñoz., W. Chavez., L. Pabón., M. Rendón., M. Patricia-Chaparro. y M. Otálvaro, “Extracción de compuestos fenólicos con actividad antioxidante a partir de Champa”, La Habana, Cuba, 2015. [PDF]. Disponible: <https://www.redalyc.org/pdf/1816/181643224027.pdf> [Acceso: septiembre 2, 2021]
- [13] Universidad central del Ecuador, “Diseño de un equipo para extraer los aceites grasos de sacha inchi (*plukenetia volúbilis*) del ecotipo de napo, a nivel de laboratorio”. Universidad central del Ecuador, [En línea]. Disponible: <http://www.dspace.uce.edu.ec/bitstream/25000/4788/1/T-UCE-0017-118.pdf> [Acceso: septiembre 2, 2021]

- [14] C. Y. Gan. y A. A. Latiff, “Optimisation of the solvent extraction of bioactive compounds from *Parkia speciosa* pod using response surface methodology,” *Food Chem*, vol. 124, no. 3, pp. 1277–1283, 2011, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.07.074> [Acceso: septiembre 7, 2021]
- [15] E. M. Kuskoski., A. G. Asuero., A. M. Troncoso., J. Mancini-Filho., y R. Fett., “Aplicación de diversos métodos químicos para determinar actividad antioxidante en pulpa de frutos,” *Food Science e Tecno*, vol. 25, no. 4, pp. 726–732, 2005, DOI: <https://doi.org/10.1590/S0101-20612005000400016> [Acceso: septiembre 7, 2021]
- [16] E. García Martínez., I. Fernández Segovia., y A. Fuentes López., “Determinación de polifenoles totales por el método de Folin- Ciocalteu”, Valencia, España, 2015. [PDF]. Disponible: <https://riunet.upv.es/handle/10251/52056> [Acceso: septiembre 15, 2021]
- [17] Universidad de Nariño, “Extracción y cuantificación de compuestos con actividad antioxidante a partir de cáscaras de tres variedades de papa (*Solanum Tuberosum*) en el departamento de Nariño”. Universidad de Nariño, [En línea]. Disponible: <https://sired.udenar.edu.co/2454/> [Acceso: septiembre 27, 2021]
- [18] PCC Group. (agosto 13, 2020), “Los 12 principios de la química verde”, [En línea]. <https://www.products.pcc.eu/es/blog/que-nos-ensenan-los-12-principios-de-la-quimica-verde/> [Acceso: octubre 21, 2021]
- [19] D. M. Cuesta., y F. Correa Mahecha., “Obtención de fenoles a partir de granos verdes de café”, *Rev. ION*, vol. 31, no. 1, pp. 31–35, 2018, DOI: <http://dx.doi.org/10.18273/revion.v31n1-2018005> [Acceso: octubre 29, 2021]
- [20] Universidad de Valladolid, “Métodos avanzados para el análisis, conservación y extracción de compuestos fenólicos en alimentos”. Universidad de Valladolid, [En línea]. Disponible: <http://uvadoc.uva.es/handle/10324/16714> [Acceso: octubre 30, 2021]
- [21] D. Adu-Poku., S. A. Saah., y J. K. Agbenorhevi., “Modeling the kinetics of potassium diffusion in estima potato under different leaching conditions,” *Int. J. Food Sci.*2020, 2020, DOI: 10.1155/2020/1876463 [Acceso: noviembre 2, 2021]

- [22] A. Kumoro. y M. Hasan, “Modelling of Andrographolide extraction from *Andrographis Paniculata* leaves in a Soxhlet extractor”, Kuala Lumpur, Malaysia, 2006. [PDF]. Disponible: http://eprints.undip.ac.id/246/1/CPE78_-_Masitah_Hasan.pdf [Acceso: noviembre 10, 2021]
- [23] L. Rodríguez., “Origen y evolución de la papa cultivada. Una revisión”, Bogotá, Colombia, 2010. [PDF]. Disponible: <http://www.scielo.org.co/pdf/age/v28n1/v28n1a02.pdf> [Acceso: noviembre 11, 2021]
- [24] Mamás Latinas. (septiembre 13, 2020), “20 Beneficios de la cáscara de papa que no conocíamos”, [En línea]. <https://mamaslatinas.com/food-home/cascaras-papas-patatas-beneficios-salud-belleza-limpieza> [Acceso: enero 10, 2021]
- [25] Centro internacional de la papa CIP. (febrero 2, 2015), "Datos y cifras de la papa", [En línea]. <https://cipotato.org/es/potato/potato-facts-and-figures/#:~:text=Hay%20m%C3%A1s%20de%204,000%20variedades,151%20especies%20de%20papa%20silvestre> [Acceso: enero 13, 2021]
- [26] CCB – Cámara de comercio de Bogotá, “Manual: La Papa”, Bogotá, Colombia, 2015. [PDF]. Disponible: <https://bibliotecadigital.ccb.org.co/handle/11520/14306> [Acceso: enero 13, 2021]
- [27] B. Tapia Cruz, "Boletín de la papa, marzo 2022”, Chile, 2022. [PDF]. Disponible: <https://www.odepa.gob.cl/publicaciones/boletines/boletin-de-la-papa-marzo-2022> [Acceso: enero 24, 2021]
- [28] Fundación española del corazón. (abril 4, 2021) “Antioxidantes, ¿qué son y para qué sirven?”, [En línea]. <https://fundaciondelcorazon.com/blog-impulso-vital/3250-antioxidantes-ique-son-y-para-que-sirven.html> [Acceso: enero 30, 2021]
- [29] S. Aravind, D. Barik, P. Ragupathi, y G. Vignesh, “Investigation on algae oil extraction from algae *Spirogyra* by Soxhlet extraction method,” *Mater. Today Proc.*, vol. 43, pp. 308–313, 2020, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.11.668> [Acceso: febrero 6, 2021]

- [30] J. F. Ayala-Zavala et al., “Antioxidant and antifungal potential of methanol extracts of *Phellinus spp.* from Sonora, Mexico”, *Rev. Iberoam. Micol.*, vol. 29, no. 3, pp. 132–138, 2012, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.riam.2011.09.004> [Acceso: febrero 6, 2021]
- [31] Universidad de la Salle, “Efecto de dos tipos de secado en los compuestos antioxidantes de cáscara de papa (*Solanum tuberosum*) variedad *Diacol Capiro* para la fabricación de una infusión”. Universidad de la Salle, [En línea]. Disponible: https://ciencia.lasalle.edu.co/cgi/viewcontent.cgi?article=1166&context=ing_alimentos [Acceso: febrero 8, 2021]
- [32] M. Campo-Fernández, D. F. Granja-Rizzo, N. L. Matute-castro, O. Cuesta-rubio, y I. Márquez-Hernández, “Microencapsulation by spray drying from an extract of the calyces of *Hibiscus sabdariffa* L”, *SciELO*, vol. 50, no. 1, pp. 40–50, 2021, DOI: <https://doi.org/10.15446/rev.colomb.quim.v50n1.88424> [Acceso: febrero 18, 2021]
- [33] Virtualpro (2019), “Determinación de las relaciones de equilibrio para la extracción de compuestos fenólicos del orujo de uva *tannat* usando mezclas etanol-agua”, [En línea]. <https://www.virtualpro.co/biblioteca/determinacion-de-las-relaciones-de-equilibrio-para-la-extraccion-de-compuestos-fenolicos-del-orujo-de-uva-tannat-usando-mezclas-etanol-agua> [Acceso: marzo 30, 2022].
- [34] Wiley (Mayo 2013), “Advanced distillation technologies: design, control and applications”, [En línea]. <https://www.wiley.com/en-ae/Advanced+Distillation+Technologies:+Design,+Control+and+Applications-p-9781119993612> [Acceso: abril 18, 2022].
- [35] StuDocu. (2008), “Extracciones con Equipo Soxhlet”, [En línea]. <https://www.studocu.com/latam/document/universidad-de-carabobo/quimicaorganica/extraccion-con-equipo-soxhlet/8968500> [Acceso: abril 18, 2022].
- [36] D. Estefano, “Diseño De Un Equipo Para Extraer Los Aceites Grasos De Sacha Inchi (*Plukenetia Volúbilis*) Del Ecotipo De Napo, A Nivel De Laboratorio”, Universidad

- Central del Ecuador, [En línea]. Disponible: <http://www.dspace.uce.edu.ec/handle/25000/4788> [Acceso: abril 08, 2022].
- [37] Facultad de ciencias químicas, "Optimización, escalamiento y diseño de una planta piloto de extracción sólido líquido". Universidad de Cuenca, [En línea]. Disponible: <http://dspace.ucuenca.edu.ec/handle/123456789/2468> [Acceso: abril 08, 2022].
- [38] Facultad de ingeniería, "Evaluación Del Rendimiento De Concretos Obtenidos En La Secuencia Extractiva Por Lixiviación Mediante Técnica Soxhlet Con Tres Solventes (Hexano, Etanol Y Agua) A Partir De Frutos De Arrayán (Myrica Cerífera L.) Recolectados De Los Bosques Naturales Del Área Nor-Central De Guatemala". Universidad de San Carlo de Guatemala, [En línea]. Disponible: http://biblioteca.usac.edu.gt/tesis/08/08_0926_Q.pdf [Acceso: abril 09, 2022].
- [39] iAgua. (s.f). "¿Qué es la destilación y para qué sirve?". <https://www.iagua.es/respuestas/que-es-destilacion-y-que-sirve> [Acceso: abril 09, 2022].
- [40] Roldán, P. N. (2019, 3 de enero). "Modelo matemático - Definición, qué es y concepto", [En línea]. <https://economipedia.com/definiciones/modelo-matematico.html> [Acceso: abril 21, 2022].
- [41] Álamo. (s.f) "Aparato extractor Soxhlet de 2000 ml. Hermanos Álamo", [En línea]. <http://www.hermanos-alamo.com/aparato-extractor-soxhlet-2000> [Acceso: abril 23, 2022].
- [42] Perry, R H., D. W. Green, and J. O. Maloney. (1988). Perry's Chemical Engineer's Hand Book. [En línea]. Disponible: <https://www.accessengineeringlibrary.com/content/book/9780071422949>
- [43] Sediawan, B. S. and A. Prasetyo. (1997). Pemodelan Matematis dan Penyelesaian Numeris dalam Teknik Kimia dengan Pemrograman Bahasa BASICc [En línea]. Disponible: <https://opac.perpusnas.go.id/DetailOpac.aspx?id=47600>

- [44] Editorial Etecé. (15 de julio de 2021) Solubilidad - Concepto, ejemplos y producto de solubilidad”, [En línea]. <https://concepto.de/solubilidad/#ixzz7TZCdnhtt> [Acceso: mayo 19, 2022].
- [45] A. Noubigh, C. Jeribi, A. Mgaidi, and M. Abderrabba, “Solubility of gallic acid in liquid mixtures of (ethanol + water) from (293.15 to 318.15) K,” *J. Chem. Thermodyn.*, vol. 55, pp. 75–78, 2012, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.jct.2012.06.022> [Acceso: mayo 12, 2022].
- [46] Agropinos. (21 de abril de 2021), "La rica variedad de la papa en Colombia", [En línea]. <https://www.agropinos.com/blog/variedades-de-la-papa-en-colombia> [Acceso: mayo 26, 2022].
- [47] M. Zavala-López and S. García-Lara, “An improved microscale method for extraction of phenolic acids from maize,” *Plant Methods*, vol. 13, no. 1, pp. 1–11, 2017, DOI: <https://doi.org/10.1186/s13007-017-0235-x> [Acceso: mayo 13, 2022].
- [48] D. Frontuto et al., “Optimization of Pulsed Electric Fields-Assisted Extraction of Polyphenols from Potato Peels Using Response Surface Methodology,” *Food Bioprocess Technol.*, vol. 12, no. 10, pp. 1708–1720, 2019, <https://doi.org/10.1007/s11947-019-02320-z> [Acceso: mayo, 18, 2022].
- [49] A. M. Farías-Campomanes, M. A. Rostagno, J. J. Coaquira-Quispe, and M. A. A. Meireles, “Supercritical fluid extraction of polyphenols from lees: Overall extraction curve, kinetic data and composition of the extracts,” *Bioresour. Bioprocess.*, vol. 2, no. 1, 2015, DOI: <https://doi.org/10.1186/s40643-015-0073-5> [Acceso: mayo 15, 2022].
- [50] M. D. Torres and H. Domínguez, “Valorisation of potato wastes,” *Int. J. Food Sci. Technol.*, vol. 55, no. 6, pp. 2296–2304, 2020, DOI: <https://doi.org/10.1111/ijfs.14228> [Acceso: mayo 15, 2022].
- [51] K. Ah-Hen, C. Fuenzalida, S. Hess, A. Contreras, A. Vega-Gálvez, and R. Lemus-Mondaca, “Antioxidant Capacity and Total Phenolic Compounds of Twelve Selected Potato Landrace Clones Grown in Southern Chile,” *Chil. J. Agric. Res.*, vol. 72, no. 1, pp.

- 3–9, 2012, DOI: <http://dx.doi.org/10.4067/S0718-58392012000100001> [Acceso: mayo 15, 2022].
- [52] C. B. Peña and L. P. Restrepo, “Compuestos fenólicos y carotenoides en la papa: revisión”, Bogotá, Colombia, marzo, 2013. [PDF]. Disponible: http://www.revistasan.org.ar/pdf_files/trabajos/vol_14/num_1/RSAN_14_1_25.pdf [Acceso: mayo, 15, 2022]
- [53] Y. Riciputi et al., “Establishment of ultrasound-assisted extraction of phenolic compounds from industrial potato by-products using response surface methodology”, *Food Chem*, vol. 269, no. July, pp. 258–263, 2018, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2018.06.154> [Acceso: mayo, 18, 2022].
- [54] Escuela de ingeniería química, “Optimización de las Condiciones de Extracción de Polifenoles a partir de La Batata (*Ipomoea Batata Lam*) y Ajuste de los Parámetros Cinéticos”. Universidad Industrial de Santander, [En línea] Disponible: <http://tangara.uis.edu.co/biblioweb/tesis/2017/166415.pdf> [Acceso: mayo 20, 2022].
- [55] J. Dai and R. J. Mumper, “Plant phenolics: Extraction, analysis and their antioxidant and anticancer properties”, *MDPI*, vol. 15, no. 10, pp. 7313–7352, 2010, DOI: <https://doi.org/10.3390/molecules15107313> [Acceso: mayo 20, 2022].
- [56] J. Marin, “Introducción al Diseño de Experimentos. Departamento de Estadística - UC3M”, [PDF]. Disponible: <http://halweb.uc3m.es/esp/Personal/personas/jmmarin/esp/Disenno/IntroDE.pdf> [Acceso: mayo 02, 2022]
- [57] Hielscher. "La extracción ultrasónica y su principio de funcionamiento". Hielscher Ultrasonics. Disponible: <https://www.hielscher.com/es/ultrasonic-extraction-and-its-working-principle.htm> [Acceso julio 18, 2022].
- [58] J. Escamilla. "Determinación de compuestos orgánicos en el bitumen de rocas sedimentarias por el método de extracción asistida por microondas". Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo: UAEH. [En línea]

<https://www.uaeh.edu.mx/investigacion/productos/5717/#:~:text=El%20m%C3%A9todo%20de%20extracci%C3%B3n%20asistido,,%20lodos%20y%20residuos%20s%C3%B3lidos>). [Acceso: junio 19, 2022].