



FACULTAD DE INGENIERÍA Y CIENCIAS APLICADAS

Trabajo de fin de Carrera titulado:

**CARACTERIZACIÓN TÉRMICA DE LA MEZCLA DEL ACEITE DE LA SEMILLA DE
MARACUYÁ Y DEL ACEITE DE LIMONCILLO PARA APLICACIÓN COMO
MATERIAL DE CAMBIO DE FASE.**

Realizado por:

RICARDO JAVIER ARAUJO ZAMBRANO

Director del proyecto:

JAVIER MARTÍNEZ

Como requisito para la obtención del título de:

MAGISTER EN DISEÑO INDUSTRIAL Y DE PROCESOS

Quito, septiembre de 2023

DECLARACIÓN JURAMENTADA

Yo, Ricardo Javier Araujo Zambrano, ecuatoriano, con Cédula de ciudadanía N° 1804362810, declaro bajo juramento que el trabajo aquí desarrollado es de mi autoría, que no ha sido presentado anteriormente para ningún grado o calificación profesional, y se basa en las referencias bibliográficas descritas en este documento.

A través de esta declaración, cedo los derechos de propiedad intelectual a la

UNIVERSIDAD INTERNACIONAL SEK, según lo establecido en la Ley de Propiedad Intelectual, reglamento y normativa institucional vigente.



Firmado electrónicamente por:
RICARDO JAVIER
ARAUJO ZAMBRANO

Ricardo Javier Araujo Zambrano

C.I.: 1804362810

DECLARACIÓN DEL DIRECTOR DE TESIS

Declaro haber dirigido este trabajo a través de reuniones periódicas con el estudiante, orientando sus conocimientos y competencias para un eficiente desarrollo del tema escogido y dando cumplimiento a todas las disposiciones vigentes que regulan los Trabajos de Titulación.

Dr. Javier Martínez Gómez

LOS PROFESORES INFORMANTES:

JOHANNA MEDRANO BARBOZA

JESÚS LÓPEZ VILLADA

Después de revisar el trabajo presentado lo han calificado como apto para su defensa
oral ante el tribunal examinador.

Ing. JOHANNA MEDRANO PhD (C)

Lic. JESÚS LÓPEZ PhD.

Quito, 19 de Septiembre de 2023

DECLARACIÓN DE AUTORÍA DEL ESTUDIANTE

Declaro que este trabajo es original, de mi autoría, que se han citado las fuentes correspondientes y que en su ejecución se respetaron las disposiciones legales que protegen los derechos de autor vigentes.



Firmado electrónicamente por:
RICARDO JAVIER
ARAUJO ZAMBRANO

Ricardo Javier Araujo Zambrano

C.I.: 1804362810

Contenido

DECLARACIÓN JURAMENTADA	2
DECLARACIÓN DEL DIRECTOR DE TESIS	3
LOS PROFESORES INFORMANTES:	4
DECLARACIÓN DE AUTORÍA DEL ESTUDIANTE	5
RESUMEN	10
ABSTRACT	11
1. Introducción	12
2. Objetivo General	14
3. Objetivos específicos	14
4. Justificación.	15
5. Estado del Arte.	16
5.1 Problemas energéticos	16
5.2 Sistemas de almacenamiento térmico	16
5.2.1 Calor sensible.....	16
5.2.2 Calor latente	16
5.2.3 Termoquímico	17
5.3 Material Cambio de Fase	17
5.4 Clasificación de Materiales de Cambios de Fase.....	17
5.5 Aceite de Limoncillo (Lemongrass).....	18
5.6 Aceite de la semilla de maracuyá	20
5.7 Métodos de extracción de aceites naturales	21
5.7.1 Extracción por destilación al vapor	21
5.7.2 Extracción por solvente	22
5.7.3 Método de prensado.....	24
5.7.4 Extracción por centrifugado	24
5.7.5 Extracción por enzimas.....	25
5.7.6 Extracción por fluidos supercríticos	25
5.8 Criterios de Selección	26
5.9 Caracterización de Materiales	27
5.9.1 Métodos de Caracterización.....	27
5.9.2 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	27
5.9.3 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier	28
5.9.4 Termogravimetría.....	28

6.	Metodología	30
6.1	Extracción de aceite de Limoncillo	30
6.2	Extracción de aceite de la semilla de maracuyá.....	32
6.3	Rendimiento de extracción de aceite.....	36
6.4	Mezclado de muestras	36
6.5	Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier	37
6.6	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	37
6.7	Termogravimetría (TGA).....	38
7.	Resultados	39
7.1	Rendimiento de extracción aceite de limoncillo	39
7.2	Rendimiento de extracción aceite de semilla de maracuyá... ¡Error! Marcador no definido.	
7.3	Análisis FTIR.....	39
7.4	Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)	46
7.5	Análisis TGA	51
8.	Discusión	56
9.	Conclusiones.....	60
10.	Recomendaciones	61
11.	Bibliografía.....	62

Índice de figuras

Figura 1. Parámetros de PCM.....	26
Figura 2. Curva DSC	28
Figura 3. Curva FTIR.....	28
Figura 4. Curva TGA.....	29
Figura 5. Etapas del proceso de extracción Bligh y Dyer.....	23
Figura 6. Hojas de hierbaluisa	30
Figura 7. Diagrama del equipo	32
Figura 8. Semillas de Maracuyá.....	32
Figura 9. Maceración semillas de maracuyá con cloroformo	33
Figura 10. Macerado Clorofórmico + Metanol.....	34
Figura 11. Filtrado	34
Figura 12. Solución con extracto	35
Figura 13. Evaporación en el rotavapor	35
Figura 14. Aceite de semilla de maracuyá.....	36
Figura 15. Espectro FTIR de M1.....	40
Figura 16. Espectro FTIR de M2.....	41
Figura 17. Espectro FTIR de M3.....	42
Figura 18. Espectro FTIR de M4.....	43
Figura 19. Espectro FTIR para M5	44
Figura 20. Comparación espectro FTIR M1 vs M5.....	45
Figura 21. Curva cambio de fase para la muestra 100 AM-AL	46
Figura 22. Curva cambio de fase para la muestra 75AM-25AL	47
Figura 23. Curva cambio de fase para la muestra 50AM-50AL	48
Figura 24. Curva cambio de fase para la muestra 25AM-75AL	48
Figura 25. Curva cambio de fase para la muestra AM-100AL	49
Figura 26. Curva termogravimétrica en aire de M1: 100 AM-AL	51
Figura 27. Curva termogravimétrica en aire de M2 75AM-25AL	52
Figura 28. Curva termogravimétrica en aire de M3: 50AM-50AL	52
Figura 29. Curva termogravimétrica en aire de M4: 25AM-75AL	53
Figura 30. Curva termogravimétrica en aire de M5: AM-100AL	54
Figura 31. Comparación FTIR semilla de maracuyá	57

Índice de tablas

Tabla 1. Características aceite de limoncillo	18
Tabla 2. Composición química aceite de limoncillo	18
Tabla 3. Terpenos aceite de limoncillo.....	19
Tabla 4. Terpenos aceite de limoncillo.....	20
Tabla 5. Composición química aceite de semilla de maracuyá	21
Tabla 6. Ventajas y desventajas del método de extracción por solvente.....	22
Tabla 7. Comparación métodos de extracción de aceite de semilla de maracuyá	23
Tabla 8. Muestras de aceite con sus porcentajes de composición	36
Tabla 9. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M1 muestra AM-100AL.....	40
Tabla 10. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M2 muestra 25AM-75AL.....	41
Tabla 11. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M3 muestra 50AM-50AL.....	42
Tabla 12. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M4 muestra 75AM-25AL.....	43
Tabla 13. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M5 muestra 100AM-AL.....	44
Tabla 14. Datos de las mezclas de aceites del DSC	49
Tabla 15. Datos de Temperatura de transición, temperatura de fusión y entalpia de fusión.....	50
Tabla 16. Datos del análisis termogravimétrico de las muestras.....	54

RESUMEN

En el presente trabajo se realizó la caracterización térmica de la mezcla del aceite de semilla de maracuyá y de limoncillo. La extracción de los aceites de semilla de maracuyá se efectuó por el método de Bligh - Dyer y la extracción del aceite de limoncillo por arrastre de vapor. Obteniendo la materia prima para la extracción del aceite de semilla de maracuyá a partir de desechos orgánicos de la industria alimenticia, específicamente de los desechos de la producción de vino de maracuyá. Las hojas de limoncillo fueron obtenidas de agricultores de la provincia de Tungurahua, buscando aprovechar tanto los desechos orgánicos como producción agrícola. Luego obtener los aceites se realizaron las mezclas para ser analizadas por espectrometría infrarroja, calorimetría diferencial de barrido y termogravimetría que permiten identificar grupos funcionales, capacidad calorífica, puntos de fusión y estabilidad térmica de las mezclas de aceites estudiadas. Los resultados mostraron que el aceite de semilla de maracuyá presenta una capacidad calorífica de 53.54 J/g a temperatura de $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ pudiendo aplicarse como material de cambio de fase a bajas temperaturas, mientras que el aceite de limoncillo no presenta cambio de fase al rango de temperatura estudiado. La investigación busca ser aporte para el estudio de desechos y material orgánico de la zona buscando aprovechar residuos y materia prima local para nuevos usos.

Palabras Clave: Materia orgánica, residuos, material de cambio de fase, espectrometría infrarroja, termogravimetría, calorimetría diferencial de barrido, aceite de limoncillo, aceite de semilla de maracuyá.

ABSTRACT

This study is about the thermal characterization of the mix of passion fruit and lemongrass seed oil. The extraction of the passion fruit seed oils was carried out by the Blich-Dyer method, and the extraction of the lemongrass oil by steam distillation. The raw material for the extraction of passion fruit seed oil was obtained from organic waste from the food industry, specifically waste from the production of passion fruit wine. The lemongrass leaves were obtained from farmers in the Tungurahua province, seeking to take advantage of both organic waste and agricultural production. After obtaining the oils, the mixtures are made to be analyzed by infrared spectrometry, differential scanning calorimetry, and thermogravimetry that allow the identification of functional groups, heat capacity, melting points, and thermal stability of the studied oil mixtures. The results showed that passion fruit seed oil has a heat capacity of 53.54 J/g at a temperature of -20 °C and can be applied as a phase change material at low temperatures, while lemongrass oil does not present a phase change at the temperatures studied. The research seeks to contribute to the study of waste and organic material in the area seeking to take advantage of waste and local raw material for new uses.

Keywords: Organic waste, phase change material, infrared spectrometry, thermogravimetry, differential scanning calorimetry, lemongrass oil, passion fruit seed oil.

Capítulo I

1. Introducción

La calidad de vida cada vez ha ido mejorando debido al uso de nuevas tecnologías, a su vez el consumo energético es cada vez mayor donde la fuente principal de energía son los combustibles derivados del petróleo, los cuales son la fuente de contaminación ambiental y contribución al calentamiento global (Nazir et al., 2019). Por ello, varias investigaciones se centran en alternativas renovables que generen menos huella de carbono y reduzcan la contaminación buscando aprovechar la materia orgánica.

Los materiales de cambio de fase mejoran la eficiencia energética al suavizar cambios de temperatura entre ambientes reduciendo el consumo de otras tecnologías para calentar o enfriar espacios. Los materiales de cambio de fase (PCM, phase change materials) utilizan su calor latente como almacenamiento o liberación de energía al mantener su temperatura cuando se produce su cambio de fase. (Reyes-Cueva et al., 2020).

Los PCM cuando son calentados en su rango de temperatura de transición pasan de una fase a otra, esto sucede isotérmicamente y requiere de un aporte de energía, esta energía aportada es el cambio de entalpia de transición o calor latente. (Noël et al., 2016). Entre los PCM tenemos los compuestos orgánicos como parafinas, ácidos grasos, alcoholes o glicoles. Los ácidos grasos se obtienen de animales o vegetales y por su alto calor latente y calor específico pueden ser material de almacenamiento de energía térmica. Además, al presentar cambios de volumen muy pequeños durante la fusión o solidificación, y su tensión superficial alta permite ser retenido en la estructura del material huésped. (Lobera, 2020)

Investigaciones han dado resultados favorables con el aceite de semilla de aguacate como un material de cambio de fase que puede ser utilizado como antecedente. Los cuales utilizan su calor latente como almacenamiento de energía al mantener su temperatura cuando se produce su cambio de fase obteniendo la entalpia de fusión mayor de 52.93 kJ/kg entre un intervalo de -25 °C y 14 °C. (Reyes-Cueva et al., 2020).

El *Cymbopogon citratus* es también conocida como pasto de limón, lemongrass, limoncillo, limonaria. En Ecuador, Chile y Perú es conocida como hierbaluisa. En Ecuador, el *Cymbopogon citratus* se cultiva en la región amazónica, donde sus hojas se utilizan como condimento para alimentos y elaboración de té. (Pino et al., 2018). Su aceite esencial es ampliamente utilizado en industria de perfumes,

alimenticia y farmacéutica por su alto contenido de citral. que le dan sus características organolépticas al aceite, como su aroma y color. En el estudio realizado por Eckert (2016) donde se evaluó los ácidos grasos y la composición fisicoquímica en el aceite esencial del limoncillo, se encontraron cuatro ácidos grasos saturados como ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico y ácido esteárico, mientras que los cinco ácidos grasos insaturados identificados fueron ácido oleico, ácido linoleico, ácido α -linoleico, ácido araquidónico y ácido eicosapentaenoico, lo que nos podría ayudar a determinar como un posible material de cambio de fase por la gran presencia de ácidos grasos. (Eckert et al., 2016).

Según el estudio de Martins (2011) donde se realiza la caracterización térmica de tres aceites esenciales se obtienen las siguientes entalpías de vaporización aceite de naranja (277.39 J. g^{-1}), limoncillo (336.02 J. g^{-1}) y Basil (305.89 J. g^{-1}) (Martins et al., 2011). Además de esto se requiere considerar la entalpía de fusión y ácidos grasos presentes en el aceite para considerarlo como un posible material de cambio de fase.

Asimismo, la semilla de maracuyá es un desecho orgánico en la industria alimenticia, de la cual se puede extraer su aceite para convertirse en un producto de alto valor agregado a nuevos recursos tecnológicos. El maracuyá (passion fruit- *Passiflora edulis*) es una planta tropical, cultivada en regiones de climas cálidos húmedos como la amazonia ecuatoriana. El aceite de maracuyá presenta un color amarillo, un sabor agradable y un olor suave, este aceite por la presencia de ácido linoleico es susceptible a enranciamiento por oxidación (da Silva et al., 2013). Según el estudio de (Pardauil et al., 2017) el aceite de maracuyá presentó un 68% de ácido linoleico y con el análisis para las curvas de enfriamiento con el calorímetro diferencial de barrido se presentaron tres picos exotérmicos a -16.3 , -39 y $-93 \text{ }^\circ\text{C}$ con una entalpia total de enfriamiento de -19.25 J. g^{-1} y una entalpia total medida de 37.30 J. g^{-1} . (Pardauil et al., 2017), a la vez a la gran presencia de ácidos grasos podría ser un posible material de cambio de fase.

El presente trabajo pretende realizar la caracterización térmica y química de la mezcla del aceite de limoncillo con el aceite de la semilla de maracuyá, mediante caracterización calorimétrica diferencial de barrido (DSC), espectroscopia infrarroja por transformada Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TGA) para determinar la composición química del aceite, temperaturas de cambio de fase, entalpias y estabilidad térmica.

2. Objetivo General

Caracterizar las mezclas del aceite de limoncillo con el aceite de la semilla de maracuyá para catalogarlo como material de cambio de fase.

3. Objetivos específicos

Extraer el aceite esencial de la planta de hierbaluisa mediante extracción sólido-líquido por arrastre de vapor.

Extraer el aceite de la semilla de maracuyá por extracción sólido-líquido por solventes.

Identificar la composición química de las mezclas de aceites mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).

Determinar la temperatura y entalpía de fusión de las mezclas de aceite por calorimetría diferencial de barrido (DSC).

Identificar la estabilidad térmica de las mezclas de aceite de limoncillo y semilla de maracuyá mediante termogravimetría (TGA).

Analizar las propiedades térmicas de la mezcla aceite de limoncillo con el aceite de la semilla de maracuyá a distintas concentraciones.

Determinar la factibilidad de los aceites de limoncillo y de la semilla de maracuyá como material de cambio de fase.

4. Justificación.

Los materiales de cambio de fase que contienen ácidos grasos, parafinas, glicoles son muy utilizados por su alta capacidad de almacenamiento de calor, cambios de volumen mínimos, buena estabilidad térmica y química, bajo sobre enfriamiento y ausencia de auto nucleación (Zhou et al., 2020). Los actuales materiales de cambio de fase utilizados son componentes provenientes de la industria petroquímica, en la actualidad se busca desarrollar PCM de base biológica como alternativa renovable, las cuales son mezclas orgánicas obtenidas de materia prima no utilizada con la dificultad de que no se tiene información de sus propiedades termodinámicas y fisicoquímicas. (Fabiani et al., 2020).

De la planta del limoncillo se puede extraer su aceite siendo una fuente rica en ácidos grasos y parafinas, un material potencial para ser utilizado como material de cambio de fase en varias aplicaciones tecnológicas dependiendo de sus propiedades termodinámicas. La planta de hierbaluisa en el Ecuador constituye una alternativa que puede impulsar la agroindustria de pequeños y grandes productores, direccionándola a la extracción de aceite esencial e impulsando la obtención de un producto potencial por sus propiedades, el cual puede ser utilizado en varios campos como el cosmético, alimenticio, aroma terapéutico, entre otros (López, 2004). La materia prima recolectada es de cultivos de la zona. Además, las semillas de maracuyá son un producto de desecho orgánico en la industria alimenticia, en el presente trabajo se utiliza las semillas de maracuyá obtenidas como material de desecho del proceso de elaboración de vino de la empresa Frutivinos, dedicada a la elaboración de vinos de distintas frutas de la región, situada en Pujili-Ecuador, reduciendo los residuos de la agroindustria y aprovechándolo para crear nuevos productos con beneficios potenciales.

5. Estado del Arte.

5.1 Problemas energéticos

Hoy en día el cambio climático y alto consumo energético en el transporte, la industria y en la construcción son los problemas que presenta la humanidad haciendo que se incremente la necesidad de buscar energías sustentables y reducir emisiones a la atmósfera. (Nazir et al., 2019)

La producción y uso energético representa más del 70% de las emisiones mundiales de gases de efecto invernadero, el CO₂ es la mayor parte de las emisiones. Según el Energy Transition Outlook 2022, la industria manufacturera representa el 36 % del total de emisiones relacionadas con la energía en 2020, el sector de la construcción representó el 26% mientras que el transporte un 24% siendo este último el más afectado por el COVID-19. (International Energy Agency, 2022)

La demanda de energía va en incremento, específicamente el aire acondicionado en edificios se estima tenga un pico significativo en el consumo de energía para el 2050 según IEA. (International Energy Agency, 2018). La necesidad de una transición hacia fuentes de energías sostenibles que contribuyan a la eficiencia energética y a la disminución de CO₂ a la atmósfera aumenta, y esto va relacionado con el uso de sistemas de almacenamiento térmico en el diseño de sistemas de energía. (International Energy Agency, 2022)

5.2 Sistemas de almacenamiento térmico

El almacenamiento de energía térmica busca acumular energía siguiendo las leyes termodinámicas donde la energía no se crea ni se destruye solo se transforma, es decir la energía de un sistema se intercambia con otro. Un sistema de almacenamiento de energía es importante que sean procesos reversibles.(Lobera, 2020)

Las formas de almacenamiento de energía interna son:

- Calor sensible
- Calor Latente
- Termoquímico

5.2.1 Calor sensible

Es la cantidad de energía que produce un cambio de temperatura de un cuerpo sin afectar su estructura molecular; es decir, el material no cambia de estado. (Noël et al., 2016)

5.2.2 Calor latente

El calor latente es la energía requerida para que una sustancia cambie su estructura molecular; es decir, cambie de fase.

En almacenamiento de energía térmica cuando se refiere a calor latente presenta una alta capacidad volumétrica de almacenamiento de energía en comparación con el calor sensible. (Selvnes et al., 2021). Las sustancias o materiales que son capaces de almacenar energía por su calor latente son conocidos como materiales de cambio de fase (PCM en inglés Phase Change Materials) (Sharma et al., 2009)

5.2.3 Termoquímico

Las reacciones químicas pueden ser endotérmicas en las cuales requieren calor para que se puedan llevar a cabo dicha reacción, mientras que las reacciones exotérmicas producen o liberan calor. Son una de las fuentes energéticas más eficientes, el problema es que no hay un desarrollo comercial por los altos costos de los materiales que se involucran en el proceso. (Lobera, 2020)

5.3 Material Cambio de Fase

Los materiales cambio de fase o PCM al cambiar de estado (sólido ↔ líquido ↔ gaseoso) pueden absorber o liberar gran cantidad de energía térmica. La utilidad de estos materiales es que mantienen su temperatura constante cuando cambian de fase mientras que el material absorbe o cede energía. Debido a esto los PCM tienen una mayor densidad energética en comparación con cualquier otro. (Sarbu, 2017)

El cambio de fase sólido-líquido es útil y viable en comparación de los otros cambios de fase ya que absorben gran cantidad de calor a temperatura constante mientras se produce el cambio de fase una vez llegada a la temperatura adecuada. (Fabiani et al., 2020)

La temperatura de transición es una característica importante del material ya que si el rango de temperatura de transición no se encuentra la aplicación del material no se producirá ningún cambio de fase, únicamente ganará calor sensible y no calor latente.

Es importante considerar el calor latente de la fase de transición, para poder almacenar gran cantidad de energía es necesario un alto calor latente. A su vez para considerar un PCM viable, se debe considerar propiedades como conductividad térmica, estabilidad, super enfriamiento, segregación de fase, costo y seguridad. (Noël et al., 2016)

5.4 Clasificación de Materiales de Cambios de Fase

Los PCM generalmente se clasifican en orgánico, inorgánico y materiales eutécticos (Nazir et al., 2019). Los PCM orgánicos se pueden clasificar en parafínicos y no parafínicos. Las parafinas son cadenas de moléculas de hidrocarburos mientras que las no-parafinas son sustancias como alcoholes y ácidos grasos. (Nazir et al., 2019)

Los PCM inorgánicos se dividen en hidratos de sal y metálicos. Mientras que los eutécticos incluyen cualquier compuesto creado por una combinación de PCM orgánicos e inorgánicos. (Selvnes et al., 2021)

5.5 Aceite de Limoncillo (Lemongrass)

Limoncillo es una planta aromática que tiene el nombre científico de *Cymbopogon citratus*. también conocida como pasto de limón, lemongrass, limoncillo, limonaria. *C. citratus* pertenece a la familia Poacea que cuenta con 635 géneros y 9000 especies y se encuentra por todo el mundo. (Majewska et al., 2019)

El aceite esencial se genera en el metabolismo secundario de las plantas, en las tricomas glandulares y estructuras secretoras proporcionando su olor característico.(Alonso-Gato et al., 2021) Este aceite contiene compuestos como citral, geraniol, linalol, metilheptenona, citronelal, limoneno y dipenteno.(Huerta Orgánica, 2019)

Según el estudio de Hartatie nos muestra las características del aceite esencial de limoncillo destilado por arrastre de vapor. Como se observa en la tabla

Tabla 1. Características del aceite de limoncillo

Destilación vapor agua	Apariencia	Color	Olor	Densidad Relativa	Índice de reflectividad	Rotación Óptica	Solubilidad
Hojas	Liquida	Amarillo	Cítrico	0.0893	1.4773	-0.06	1:2
Tallo	Liquida	Amarillo	Cítrico	0.8712	1.4775	+0.38	1:2
Toda la planta	Liquida	Amarillo	Cítrico		1.4780	+0.05	1:2

Fuente: (Hartatie et al., 2019)

En la tabla 2 se muestra la composición química del aceite esencial de limoncillo.

Tabla 2. Composición química aceite de limoncillo

Parte de la Planta	Componentes	Tiempos de Retención (min)	Con.Unit (%)
Hojas por destilación vapor-agua	6-Methyl-5-hepten-2-one	5.745	14.137
	Beta Myrcene	6.118	18.771
	Linalool	8.182	3.351
	Citronella	9.151	1.302
	Longipinenepoxide	9.704	1.759
	Z-citral	10.965	19.225
	Trans-geraniol	11.323	10.686
	E-Citral	11.555	26.522
	Geranyl acetat	13.577	1.359
	Patchouli alcohol	18.507	1.060

Fuente: (Hartatie et al., 2019)

La amplia variedad de compuesto naturales presentes en este aceite y sus propiedades biológicas lo hacen atractivo para muchas industrias y aplicaciones nuevas e

inexploradas, incluso podría ser utilizado como material de cambio de fase.

La determinación de los componentes del aceite esencial contribuye al desarrollo científico para determinar sus posibles aplicaciones y mejorar sus procesos de obtención debido a que no existe un método para satisfacer los requerimientos de eficiencia y calidad del aceite de citronela o limoncillo. (Ngan et al., 2020)

Los terpenos son los compuestos orgánicos aromáticos y volátiles que aportan el olor único y característico de la planta. Los terpenos presentes en el aceite esencial de limoncillo según (Majewska, 2019) se evidencian en la siguiente tabla:

Tabla 3. Terpenos aceite de limoncillo

Componente	Hidrodestilación (%)
Cadinene	4.10
Camphene	7.89
Caryophyllene	1.86
Cymeno	0.19
Elemeno	1.07
GermacreneD	0.97
Humuleno	0.30
Limoneno	7.90
Muuroleno	4.10
γ -Muuroleno	0.17
Mirceno	0.60
Phellandreno	0.32
Pineno	2.12
Sabineno	0.14
Terponoleno	0.50

Fuente: (Majewska et al., 2019)

La calidad de un aceite esencial de limoncillo es evaluada por el contenido de citral, según datos bibliográficos al menos 75% de citral es considerado un aceite de alta calidad en función a la composición química del aceite.(Majewska et al., 2019) Los terpenos son ácidos grasos poliinsaturados, los frecuentemente detectados son mirceno, limoneno y pineno. La composición química del aceite de *Citratrus* depende de la región de la materia prima. Los datos de la Tabla 3 son originarios de aceite de limoncillo de Nigeria. (Majewska et al., 2019)

Una de las propiedades importantes en los aceites esenciales es la volatilidad, que es la tendencia del material a evaporarse. Usando análisis termogravimétrico y calorimetría diferencial de barrido el estudio de (Martins et al., 2011) calcula la energía de activación (E_a) y entalpia de evaporización (H_{vap}).

Tabla 4. Terpenos aceite de limoncillo

Material	E_a ($kJ.mol^{-1}$)	ΔH_{vap} ($kJ.mol^{-1}$)
Limoneno	38.24	39.25
Citral	37.72	44.34

Fuente: (Martins et al., 2011)

La evaporación del aceite de limoncillo culmina a los 166.7 °C, obteniendo una energía de activación de 37.72 ($kJ.mol^{-1}$) . Y la entalpía de vaporización ΔH_{vap} calculada del aceite de limoncillo 336.02 ($J.g^{-1}$) (Martins et al., 2011)

5.6 Aceite de la semilla de maracuyá

El maracuyá (passion fruit- *Passiflora edulis*) es una planta tropical, cultivada en regiones de climas cálidos húmedos como la amazonia ecuatoriana. El aceite de maracuyá presenta un color amarillo, un sabor agradable y un olor suave, este aceite por la presencia de ácido linoleico es susceptible a enranciamiento por oxidación. (da Silva et al., 2013) .

En la producción de jugo el 40% de los frutos procesados consisten en semillas, que luego son desechadas y se identifican como subproductos agrícolas. (Chau & Huang, 2004) Por ello, la semilla de maracuyá es un desecho orgánico en la industria alimenticia, de la cual se puede extraer su aceite para convertirse en un producto de alto valor agregado a nuevos recursos tecnológicos por su alto contenido de aceite presente en las semillas.

Los ácidos grasos presentes en la semilla de maracuyá son principalmente insaturados como ácido linoleico que lo hace novedoso para aplicaciones alimenticias, a su vez contienen gran cantidad de antioxidantes naturales que provienen de los tocoferoles (Vitamina E) y sus compuestos fenólicos.(Surlehan et al., 2019)

En la Tabla 5 observamos la composición de ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de maracuyá obtenido por dos métodos de extracción. Donde se presenta alto contenido de ácidos grasos insaturados constituido mayormente por linoleico, seguido por oleico, siendo los ácidos grasos poliinsaturados de mayor presencia.

Tabla 5. Composición química aceite de semilla de maracuyá

Nombre	C x:y	Extracción con n-Hexano (%)	Extracción con Etanol (%)
Caproico	C6:0	1.38	-
Caprílico	C8:0	1.45	-
Palmítico	C16:0	10.22	10.49
Esteárico	C18:0	2.88	2.87
Oleico	C18:1	17.11	17.30
Linoleico	C18:2	66.64	68.97
Alfa Linoleico	C18:3	0.32	0.36
Ácidos grasos saturados	-	15.93	13.36
Ácidos grasos Monoinsaturados	-	17.11	17.3
Ácidos grasos poliinsaturados	-	66.96	69.33
Oleico/ Linoleico	-	1/3.89	1/3.99

Fuente: (Pereira et al., 2019)

El método industrial típicamente usado en la extracción de aceite de las semillas del maracuyá es la extracción por solventes con hexano, debido a su alta solubilidad con el aceite de la semilla de maracuyá y por su bajo costo. (De Oliveira et al., 2013)

5.7 Métodos de extracción de aceites naturales

Los métodos de extracción de aceites pueden clasificarse de tres maneras: físicos, químicos y biológicos. Los métodos físicos incluyen trituración, homogenización, prensado y filtrado. Los químicos usan solventes orgánicos y los métodos de extracción biológicos utilizan enzimas. (Satriana et al., 2019)

La falta de eficiencia y productividad de las técnicas de extracción de aceites naturales ha llevado a una investigación continua de nuevos métodos, cada una de las técnicas pueden producir características fisicoquímicas, ácidos grasos y compuestos volátiles específicos para cada tipo de extracción. Los procesos de obtención de este aceite muestran distintos rendimientos y costos, asimismo muchos presentan daños medioambientales al utilizar solventes nocivos y carecen de procesos de producción eficientes y sostenibles que minimicen problemas de contaminación. (Pérez Aldana et al., 2021)

5.7.1 Extracción por destilación al vapor

Es el método más popular para extraer aceite esencial de limoncillo, ya que es muy utilizado para materiales sensibles a la temperatura como aceites y resinas que son insolubles al agua y se pueden descomponer a su punto de ebullición. El vapor pasa a través del material vegetal

que ablanda las células de la planta y permite que el aceite esencial escape en forma de vapor siguiendo camino del sistema de destilación y se enfría en un condensador el cual recoge el destilado en forma líquida. La temperatura el cual el vapor pasa por el sistema debe ser suficientemente alta para que el aceite se evapore, pero no demasiada para descomponer el material vegetal. (Majewska et al., 2019)

Estos aceites pueden ser extraídos a temperaturas alrededor de los 100 °C y la ventaja de este método es la simplicidad y el bajo costo, las propiedades no se modifican ya que sus componentes no se descomponen. Además, el marchitamiento de la hierba utilizada en el proceso reduce el contenido de humedad y aumenta la producción de aceite. (Skaria et al., 2012)

5.7.2 Extracción por solvente

Extracción por solventes es uno de los más comúnmente usados. Los aceites son altamente solubles en solventes orgánicos como hexano, acetona, cloroformo, benceno y ciclohexano. Los solventes orgánicos rompen las paredes celulares de las semillas, interrumpiendo las fuerzas interactivas entre los lípidos y la matriz celular, extrayendo así el aceite. Un proceso de extracción eficiente requiere la penetración total del solvente en las membranas lipídicas por ello se debe considerar un solvente orgánico adecuado, el bajo punto de ebullición para facilitar su recuperación, la disponibilidad, toxicidad y valor económico para el producto deseado. (Satriana et al., 2019)

Tabla 6. Ventajas y desventajas del método de extracción por solvente.

Ventajas	Desventajas
Rendimientos altos en comparación con otros métodos Cumple normativa microbiológica	Solventes orgánicos tóxicos Utilizada a escala de laboratorio Operación unitaria adicional: destilación, para eliminar el solvente remanente. Temperaturas elevadas (100-105°C), desnaturaliza el aceite.

Fuente: (Melo & Mora, 2018)

EL método Soxhlet es conocido como el método convencional y se utiliza hexano y etanol como solventes. Según el estudio realizado por Pereira et al., (2019) se estudia el rendimiento de extracción de acuerdo con distintas técnicas y parámetros.

Tabla 7. Comparación métodos de extracción de aceite de semilla de maracuyá

Método de extracción	Solvente	Parámetro del proceso	Tiempo (min)	Rendimiento	Eficiencia de recuperación (%)
Soxhlet extracción	n-Hexano	Punto de ebullición	240	26.12±0.7	100
	Etanol	Punto de ebullición	240	20.46±1.36	78.33
Ultrasonido asistido	Etanol	60°C, 60 min	60	21.28±0.33	81.47
Fluido subcrítico	Propano	30°C, 2MPa	180	24.63	94.30
	Propano	30°C, 8MPa	180	24.68	94.49

Fuente: (Pereira et al., 2019)

5.7.2.1 Método de Bligh y Dyer

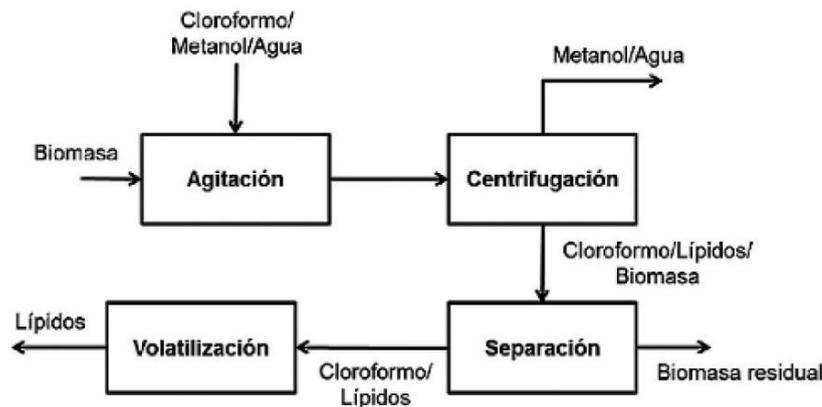
Una metodología basada en solventes químicos fue propuesta por Folch et al., (1957), la cual extrae lípidos gracias a la utilización de un solvente apolar, el cual el solvente disuelve los lípidos neutros mientras otro solvente relativamente polar disuelve los lípidos polares en la muestra. Con estas propiedades de los solventes se desarrolló el método metanol/cloroformo, seguido de una purificación de los extractos con una solución KCl. (González et al., 2009)

Bligh y Dyer hicieron modificaciones al método de Folch y obtuvieron un método rápido de extracción de lípidos, el cual consiste homogenización de la biomasa con una mezcla metanol-cloroformo en proporción 2 a 1. Posteriormente se agrega cloroformo, se homogeniza por 30 segundos y se agrega una parte de agua y se deja homogenizar. Para luego realizar una filtración y centrifugación. (González et al., 2009)

El método de Bligh y Dyer reduce la relación solvente/muestra a 3 partes solvente 1 muestra, el solvente en relación 1:2 cloroformo/metanol. En cuanto al método de Folch emplea una relación 1 parte muestra para 20 de solvente, el solvente en relación 2:1 cloroformo/metanol. Muestras con alto contenido de lípidos han demostrado no encontrar diferencia entre los métodos de Bligh y Dyer comparado con Folch. (Iverson et al., 2001)

El método de extracción de Bligh y Dyer es un método rápido y efectivo para determinar lípidos totales. Contempla las etapas de agitación, centrifugación, separación y volatilización.

Figura 5. Etapas del proceso de extracción Bligh y Dyer



Fuente: (González et al., 2011)

El proceso inicia al mezclar biomasa y solvente (cloroformo/metanol), donde se va añadiendo agua en un proceso de agitación, posteriormente al pasar a la etapa de centrifugación sucede una separación de fases en la cual se separa la fase superior (metanol /agua) y la fase inferior (biomasa/lípidos/cloroformo). La fase inferior se filtra por gravedad y elimina la biomasa residual para obtener cloroformo y lípidos. Finalmente, el extracto se volatiliza para obtener los lípidos.

5.7.3 Método de prensado

El prensado es una técnica de extracción rápida que extrae menos aceite que los procesos de más larga duración como la extracción por solventes. Pero los pasos de evaporación del solvente y la refinación del aceite se pueden evitar. Este prensado consta de una secuencia de pasos como escurrir, triturar, homogenizar, prensar y filtrar. (Satriana et al., 2019). El prensado se realiza con una prensa de tornillo o hidráulica, que se utiliza para exprimir aceites de semillas oleaginosas, con un contenido alto de aceite. El principio de funcionamiento se da en la separación por compresión de un líquido contenido en un sistema sólido-líquido. La fase líquida que contiene el aceite y otros componentes se separan por centrifugación. (Pérez Aldana et al., 2021)

5.7.4 Extracción por centrifugado

La centrifugación es un método mecánico que utiliza equipos y herramientas que hacen uso de las fuerzas centrifugas y la distinción de densidades para la determinación del aceite. Este proceso se debe llevar a cabo a temperaturas menores a 45°C minimizando la desnaturalización del aceite. (Pérez Aldana et al., 2021)

Por destrucción enzimática o mecánica se separa el agua del aceite, seguida de centrifugación para separar el aceite de la emulsión. Normalmente el método mecánico da bajos rendimientos, pero estos pueden aumentarse manteniendo el pH entre 4 a 5.5 antes de la centrifugación. (Melo & Mora, 2018)

En los métodos físicos los diferentes procesos de secado también influyen en las concentraciones de compuestos antioxidantes y bioactivos en el aceite. Según el estudio realizado por M. A. Z. dos Santos et al., (2014) se observó que la liofilización producía mayores rendimientos que el secado con circulación de aire caliente.

5.7.5 Extracción por enzimas

La extracción por enzimas es un método biológico considerado amigable y limpio con el medio ambiente. En donde la adición de enzimas específicas durante la extracción mejora la eficiencia al romper las paredes celulares y los cuerpos lipídicos. Este proceso se puede realizar en condiciones suaves con una corta duración en la extracción, presenta ahorros sustanciales de energía y mayores rendimientos. Sin embargo, el producto se deteriora por los largos tiempos de residencia, existen pocos informes sobre esta técnica para extraer aceite de maracuyá. Estudios realizados dicen que usando mezclas de enzimas con actividad combinada dan un mayor rendimiento de aceite. Este mayor rendimiento de 78% se obtiene utilizando α -amilasa con papaína y celulosa en un tiempo de reacción de 1 hora a una temperatura de 65 °C. (Satriana et al., 2019) para luego separar el aceite del agua por centrifugación. Este método mejora hasta 25 veces el desempeño con relación a una centrifugación no enzimática.

5.7.6 Extracción por fluidos supercríticos

El fluido super crítico (FSC) es una sustancia que se encuentra a una temperatura y presión por encima de su punto crítico termodinámico. Este fluido puede comportarse como un gas y disolverse como un líquido, por lo que no puede considerarse gas ni líquido. Además, puede cambiar de densidad con pequeños cambios de temperatura y presión. Por ello lo convierten en un excelente sustituto de los solventes orgánicos con sus propiedades químicas intactas y sin rastro de solventes químicos. (Pérez Aldana et al., 2021)

Como fluido supercrítico para la extracción de aceites se utiliza dióxido de carbono. En un estudio realizado para determinar el rendimiento de extracción con este método, el producto de extracción es sometido a evaporación al vacío para retirar cualquier residuo de dióxido de carbono en el producto. Y las condiciones óptimas del proceso con FSC fue 81°C, y 540 atm en una hora de proceso, mientras que la misma materia prima sometida a un proceso de extracción por solventes orgánicos con Soxhelt alcanzo tiempos de 8 horas según la cantidad de materia prima. (Melo & Mora, 2018)

5.8 Criterios de Selección

Para seleccionar un material son varios parámetros que se toman en cuenta para PCM para cualquier aplicación en sistemas de almacenamiento térmico. En la figura 1 se ilustran los parámetros.



Fuente:(Nazir et al., 2019)

En la base de la pirámide se encuentra el coste que se refiere a encontrar soluciones menos costosas, a su vez la seguridad y toxicidad del producto para la salud son factores claves para considerar. Además, sus características térmicas, físicas cinéticas y químicas son importantes para este tipo de materiales y su aplicación. (Nazir et al., 2019) Estas propiedades corroboran la idoneidad y aplicabilidad de un PCM que se utilizará para TES en aplicaciones particulares (Sarbu, 2017). Para evaluar la idoneidad de un PCM en particular para un aplicación específica y rango de temperatura, es crucial determinar sus propiedades termofísicas. Propiedades tales como temperaturas de fusión/congelación, calor latente de fusión, y la capacidad calorífica específica se miden usando la técnica de calorimetría diferencial de barrido potencial (DSC). Además de esto, la estabilidad térmica, y la capacidad calorífica para un PCM en particular están determinadas por Análisis Termogravimétrico (TGA), mientras que espectroscopia infrarroja de la transformada de Fourier (FTIR) se utiliza para investigar su estructura química y estabilidad (Nazir et al., 2019).

5.9 Caracterización de Materiales

La caracterización de materiales es el conjunto de procesos en el cual se estudia las propiedades morfológicas y funcionales de las sustancias. Lo que se busca es obtener información de las propiedades físicas, químicas y mecánicas o atributos del material. (Cahn & Lifshin, 1993)

5.9.1 Métodos de Caracterización

Los métodos de caracterización de materiales son herramientas útiles para el análisis de estructuras y composición de materiales. Las propiedades importantes por considerarse, para una correcta caracterización termo física de los materiales son: la energía almacenada, capacidad calorífica, la densidad, conductividad térmica y la viscosidad, todas estas deben estar en función de la temperatura para un apropiado diseño de los sistemas de almacenamiento térmico. (Peñalosa, 2016)

Para el presente trabajo se utiliza los siguientes métodos de caracterización:

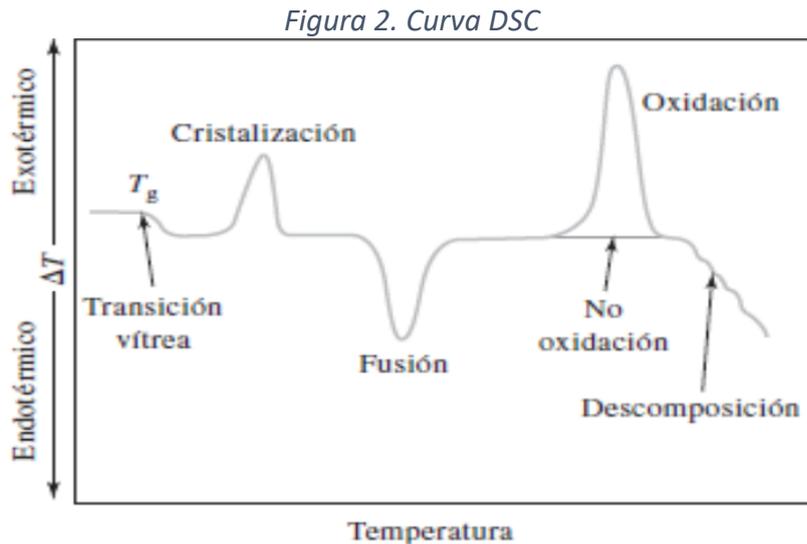
- Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC, por sus siglas en inglés)
- Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés)
- Termogravimetría (TGA, por sus siglas en inglés)

5.9.2 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Es una técnica de análisis térmico que evalúa el efecto de la temperatura sobre la capacidad calorífica de un material donde se valora la diferencia de calor entre dos muestras, una la que se va a analizar y la otro de referencia medidas en función de la temperatura aumentando linealmente en función del tiempo. El principio básico de esta técnica evalúa el cambio de fase que experimenta el PCM gastando o cediendo calor con la de muestra de referencia manteniéndose ambas a la misma temperatura, la capacidad calorífica de la muestra de referencia debe tener un valor bien definido en el intervalo de temperatura donde se haga el barrido. (Reyes-Cueva et al., 2021)

Curvas DSC

Las curvas DSC son termogramas que es el resultado de las gráficas de flujo calorífico versus temperatura, las muestras de PCM pueden exhibir reacciones exotérmicas que se muestran como picos positivos o negativos dependiendo de la tecnología o instrumentación utilizada en el experimento. El área bajo la curva del pico representa la entalpía de transición. (Reyes-Cueva et al., 2021)



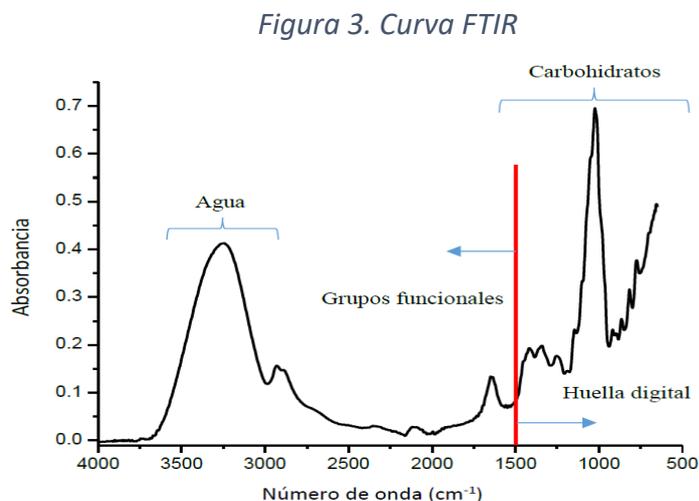
Fuente: (Skoog, Holler, & Crouch, 2008)

5.9.3 Espectroscopia Infrarroja con Transformada de Fourier

La espectroscopia se fundamenta en la absorción de la radiación IR, una molécula vibra de determinada manera a una energía suministrada específica. Esta técnica analítica permite identificar compuestos químicos, grupos funcionales de sustancias orgánicas e inorgánicas y enlaces químicos medidos en diferentes regiones del espectro infrarrojo medio en un rango de 400 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} (Aguirre, 2015)

Curvas FTIR

El análisis de este resultado está dado por un espectro de infrarrojo donde se observa una serie de picos o bandas de absorción ubicadas en diferentes posiciones, alturas y anchuras, en el eje de las x se representa la intensidad de la radiación en número de onda (cm^{-1}) y en el eje de las y la intensidad de la radiación infrarroja o absorbancia.



Fuente: (Cortez, 2017).

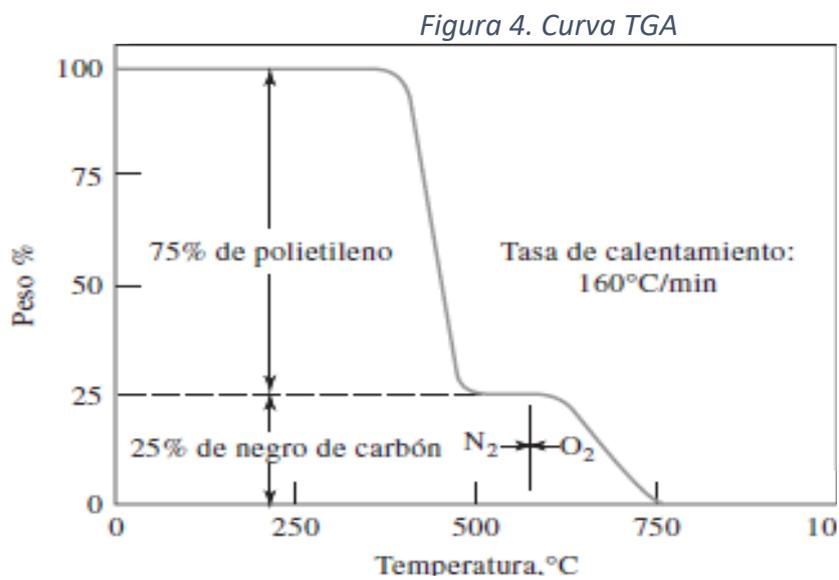
5.9.4 Termogravimetría

En el análisis termogravimétrico mide la variación de masa de la muestra en una atmósfera controlada en función de la temperatura o el tiempo. Los procesos que experimentan cambios en la masa como la sublimación, vaporización, adsorción,

descomposición, desorción y reducción se pueden medir mediante este análisis. (Skoog et al., 2015)

Curvas TGA

El resultado del análisis de la curva termogravimétrica es la representación de una curva sigmoideal con uno o varios tramos dependiendo de la composición de la muestra y la naturaleza química de sus componentes, su gráfica representa la masa o porcentaje de masa en función del tiempo o temperatura. (Badía, 2007)



Fuente:(Skoog et al., 2015)

Capítulo II

6. Metodología

La metodología para el cumplimiento de los objetivos es de tipo experimental, ya que se realizó la extracción del aceite de la planta de limoncillo mediante extracción por arrastre de vapor y la extracción del aceite de la semilla de la maracuyá mediante método Bligh y Dyer de extracción por solventes, luego las mezclas del aceite extraído se sometieron al proceso de caracterización por calorimetría diferencial de barrido, termogravimetría y espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier para establecer la estabilidad térmica y química de los prospectos PCM. Además, se realizó una investigación bibliográfica para analizar los resultados obtenidos e identificar las condiciones de operación adecuadas para la extracción de aceites esenciales del limoncillo y la semilla del maracuyá.

Se tienen distintas metodologías para la extracción del limoncillo como para el aceite de semilla de maracuyá.

6.1 Extracción de aceite de Limoncillo

Obtención materia prima: La recolección de la planta de limoncillo (*Cymbopogon citratus*) se la realizó de una plantación personal ubicada en la provincia de Tungurahua en la ciudad de Baños de Agua Santa. Así tener la materia prima proveniente de la misma plantación para todas las extracciones.

Figura 6. Hojas de hierbaluisa



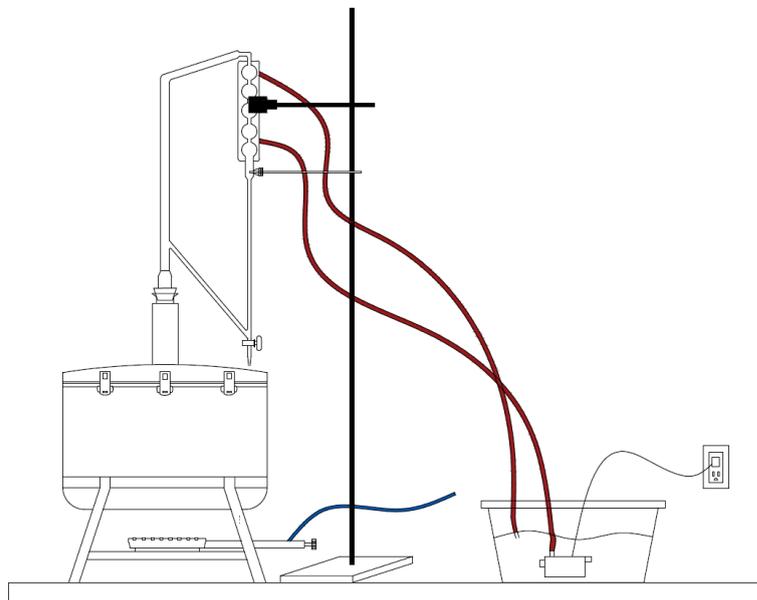
Fuente: Autoría propia

Preparación muestra: Para la preparación de la materia prima, se lavó las hojas de la planta del limoncillo, seleccionó hojas que no se encuentren deterioradas, se cortó el tallo. Se dejó las hojas al ambiente para iniciar un proceso de secado natural por 72 horas. (Dao et al., 2020) Se pesó 250g de hojas para ser colocadas en el equipo.

Método de extracción (destilación por arrastre de vapor): El método de extracción para el aceite de limoncillo o hierba luisa fue por arrastre de vapor. Se armó el equipo como se muestra en la figura 7, el cual constó de un parte inferior donde se colocó el agua, para ser calentada y pasar como vapor al segundo piso donde se encontraba la muestra de la planta de limoncillo previamente preparada. El vapor por fenómenos intermoleculares rompe las paredes de las membranas de la planta y arrastra consigo las propiedades químicas de la planta, con ello obteniendo su aceite esencial. El vapor luego de pasar por el segundo contenedor sigue hacia el condensador donde este choca con las paredes de este, el cual está conectado a una corriente de agua de flujo continuo, condensándose el vapor y recolectándose en su contenedor en gotas a medida que se va condensando, obteniendo el hidro-lato y el aceite esencial. (Hartatie et al., 2019) El hidrolato es un líquido que presenta el olor característico de la planta muy similar al aceite, pero en menor intensidad ya que contiene microgotas del aceite obtenido. Tiene aplicaciones en cosmética por su aroma y su capacidad de ser disuelto en agua sin un disolvente.(Vidal, 2020)

El tiempo de destilación fue aproximadamente 3 horas, a las 1.5 horas el extracto de aceite esencial esta completado.(Dao et al., 2020)

Figura 7. Diagrama del equipo



Fuente: AutoCAD

6.2 Extracción de aceite de la semilla de maracuyá

Obtención materia prima: La materia prima fue obtenida a partir del residuo industrial del proceso de elaboración de vino de la empresa Frutivinos ubicada en la ciudad de Pujili.

Preparación muestra: Para la preparación del extracto se seleccionó la semilla, lavó y clasificó. Las semillas de maracuyá seleccionadas se dejaron secar al ambiente por 120 horas. La materia prima se trituró para reducir la superficie de contacto en la extracción y se pesó aproximadamente 100 g.

Figura 8. Semillas de Maracuyá



Fuente: Autoría propia

Método de extracción (Bligh y Dyer): La técnica utilizada fue la extracción por solventes por el método de Bligh y Dyer modificada del método de (Folch et al., 1957) con relación 2:1 cloroformo/metanol (Salazar Pérez, 2012), y relación solvente/muestra a 3 partes solvente 1 muestra, donde la materia prima previamente triturada se puso en contacto con cloroformo por 72 horas, se colocó 100 g de la semilla de maracuyá y 400 mL de cloroformo en un recipiente herméticamente cerrado. (González et al., 2009)

Figura 9. Maceración semillas de maracuyá con cloroformo



Fuente: Autoría propia

Luego de transcurrido el tiempo de maceración se realizó una filtración, para separar la semilla de la solución cloroformo-biomasa. A la cantidad obtenida de solución cloroformo-biomasa se añadió metanol en relación cloroformo-metanol 2:1. Se agitó varias veces, añadió progresivamente 200 mL de agua y se produjo una separación por diferencia de densidades, como se observa en la figura 10.

Figura 10. Macerado Clorofórmico + Metanol



Fuente: Autoría propia

Se formó un sistema bifásico formado por la fase superior metanol-agua y la fase inferior cloroformo-lípidos-biomasa. A la fase inferior se le añadió 20mL de solución KCl al 0.89%. Se mezcló la solución obtenida y realizó el proceso de filtración riguroso evitando retener impurezas en la solución.

Figura 11. Filtrado



Fuente: Autoría propia

Luego se pasó la solución por un filtrado con 5 g de NaSO₄.

Figura 12. Solución con extracto



Fuente: Autoría propia

El extracto se llevó a un proceso de evaporación del solvente en el rotavapor a una presión al vacío de 350 mmHg, a 120 rpm hasta 45 °C para que el extracto se concentre y quitar la mayor cantidad de solvente de la solución.

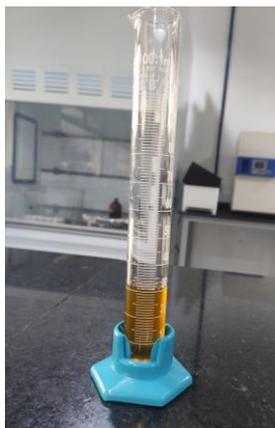
Figura 13. Evaporación en el rotavapor



Fuente: Autoría propia

El aceite obtenido se almacenó a -5 °C en recipientes herméticos color ámbar hasta su posterior análisis.

Figura 14. Aceite de semilla de maracuyá



Fuente: Autoría propia

6.3 Rendimiento de extracción de aceite

El rendimiento del proceso de extracción del aceite se medirá con la siguiente ecuación

$$\%rendimiento = \frac{\text{volumen de aceite esencial (mL)}}{\text{Peso del material vegetal (g)}} \times 100$$

(Granados et al., 2014)

6.4 Mezclado de muestras

Para la elaboración de las mezclas de los aceites obtenidos, se coloca en un vaso de precipitación de 100 mL las concentraciones indicadas en la tabla 8. Para su hominización se utiliza un agitador magnético.

Tabla 8. Muestras de aceite con sus porcentajes de composición

Denominación	Composición	Aceite semilla maracuyá (%)	Aceite de limoncillo (%)
M5	AM-100AL	0	100
M4	25AM-75AL	25	75
M3	50AM-50AL	50	50
M2	75AM-25AL	75	25
M1	100AM-AL	100	0

Fuente: Autoría propia

Análisis: Las muestras son sometidas a las técnicas de: Espectrometría infrarroja, Calorimetría diferencial de barrido, Termogravimetría que nos permiten determinar las propiedades térmicas de los aceites obtenidos.

6.5 Espectrometría Infrarroja con Transformada de Fourier

Para el análisis se coloca aproximadamente 1 mg de muestra a analizar en la celda del equipo de Espectroscopia Infrarrojo FTIR, el cual expone la muestra a una fuente de luz infrarroja barriendo longitudes de onda de 4000 cm^{-1} hasta 500 cm^{-1} , al pasar la luz transmitida a través de la muestra es medida en cada número de onda permitiendo así calcular la cantidad de luz absorbida; es decir, se calcula la diferencia entre la intensidad de luz antes y después de pasar por la celda de muestra. Las gráficas resultantes se comparan con tablas y gráficas de FTIR para ver los grupos funcionales obtenidos. (Reyes, 2020)

Las gráficas nos muestran la relación de la transmitancia (%T) en función de la longitud de onda (cm^{-1}), transmitancia es la fracción de la radiación que una sustancia deja pasar cuando la radiación electromagnética atraviesa la muestra, y la absorbancia es el logaritmo negativo de la transmitancia. (Universidad Miguel Hernández de Elche, 2009)

6.6 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Para el análisis de temperaturas de cambio de fase, entalpías de vaporización y fusión se utilizó un calorímetro TA Instruments DSC Q2000 con una sensibilidad menor al 0,2 mW con un intervalo de funcionamiento desde -890 °C hasta 400 °C . Se coloca aproximadamente 10 mg de muestra en una cápsula de aluminio que son herméticamente selladas, estas son sometidas a procesos de calentamiento y enfriamiento constante controlado en una cámara hermética con gas nitrógeno como refrigerante para obtener temperaturas de -50 °C (Granados et al., 2014)

A partir de los termogramas se identificaron los rangos de temperatura de fusión y cristalización; así como, las entalpías de fusión y cristalización que se calculan utilizando el área bajo la curva del termograma. (Reyes-Cueva et al., 2021)

6.7 Termogravimetría (TGA)

El análisis termogravimétrico se realizó en el equipo TGA500, donde aproximadamente 10 mg de muestra se lleva a una termobalanza calentándose desde la temperatura ambiente hasta los 700° C en atmósfera reactivas (aire) con un flujo de 30 mL/min a una velocidad constante de calentamiento de 10 °C/min. El resultado de este proceso se indicará en un termograma, esta gráfica mide la pérdida de peso del material con respecto a la temperatura. (Godoy-Vaca et al., 2021)

Capítulo III

7. Resultados

7.1 Rendimiento de extracción aceite de limoncillo

El rendimiento obtenido de la extracción de aceite de limoncillo por arrastre de vapor y del aceite de semilla de maracuyá extraído por el método de Bligh y Dyer son los siguientes:

Tabla 9. Rendimiento de extracción de los aceites obtenidos

Aceite	Rendimiento %
Limoncillo (hierbaluisa)	0.88
Semilla de maracuyá	15

Fuente: Autoría propia

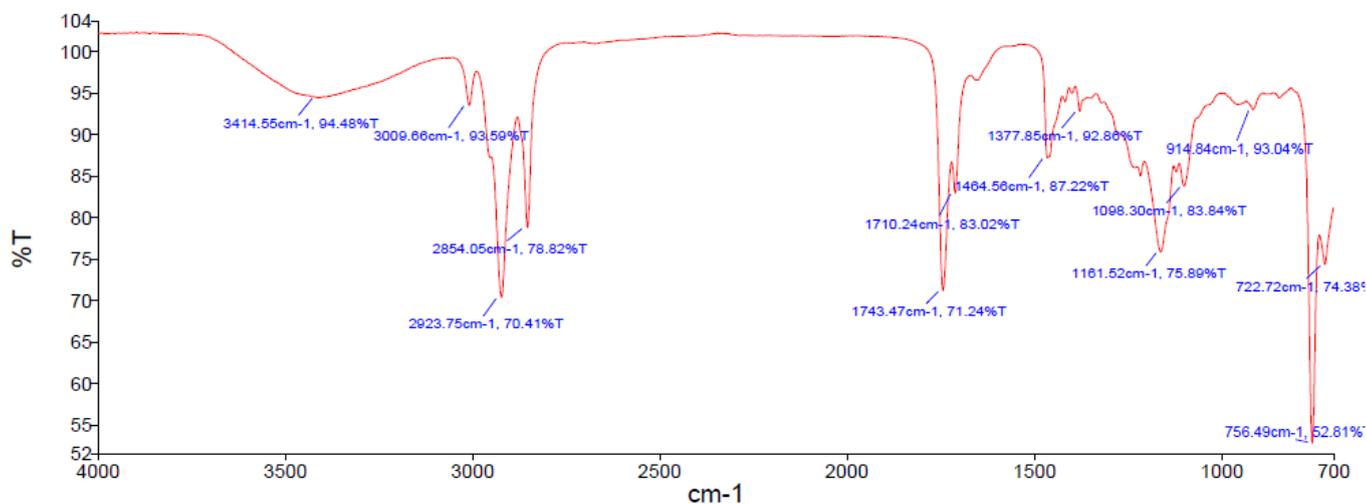
7.2 Análisis FTIR

A partir de los análisis de calorimetría diferencial de barrido, termogravimetría y espectrometría infrarroja se obtienen termogramas correspondientes a cada las distintas mezclas de aceites.

El análisis de la espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier nos presenta las graficas transmitancia (%T) en función de la longitud de onda (cm^{-1}) que nos da información sobre la composición en base a su estructura química y grupos funcionales presentes en cada una de las muestras.

Muestra 1 (M1) = 100% Aceite de semilla de maracuyá

Figura 15. Espectro FTIR de M1



La figura muestra picos a distintos puntos de longitud de onda y transmitancia %T, cada pico representa un grupo funcional.

La siguiente tabla identifica los picos obtenidos del análisis de espectrofotometría infrarroja con el grupo funcional presente en la muestra comparados con las regiones espectrales FTIR según Lerma (Lerma-García et al., 2010)

Tabla 10. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M1 muestra AM-100AL

Frecuencia FTIR (cm ⁻¹)	Transmitancia %T	Grupo Funcional
3414.55	94.48	R-OH
3009.66	93.59	=C- H
2923.75	70.41	-C – H (CH ₂)
2854.05	78.82	-CH ₃ , CH ₂ , C-H
1743.47	71.24	-C=O (ESTER)
1710.24	83.02	-C=O (ESTER)
1464.56	87.22	-C – H (CH ₂)
1377.85	92.86	O-H
1161.52	75.89	-HC=CH-
1098.30	83.84	-C-O
914.84	93.04	-HC=CH-(cis)
756.49	52.81	-C-H
722.72	74.38	-HC=CH- (cis)

Fuente: (Shahzadi, 2017) y (Lerma-García et al., 2010)

Muestra 2 (M2) = 75% Aceite de semilla de maracuyá + 25 % Aceite de Limoncillo

Figura 16. Espectro FTIR de M2

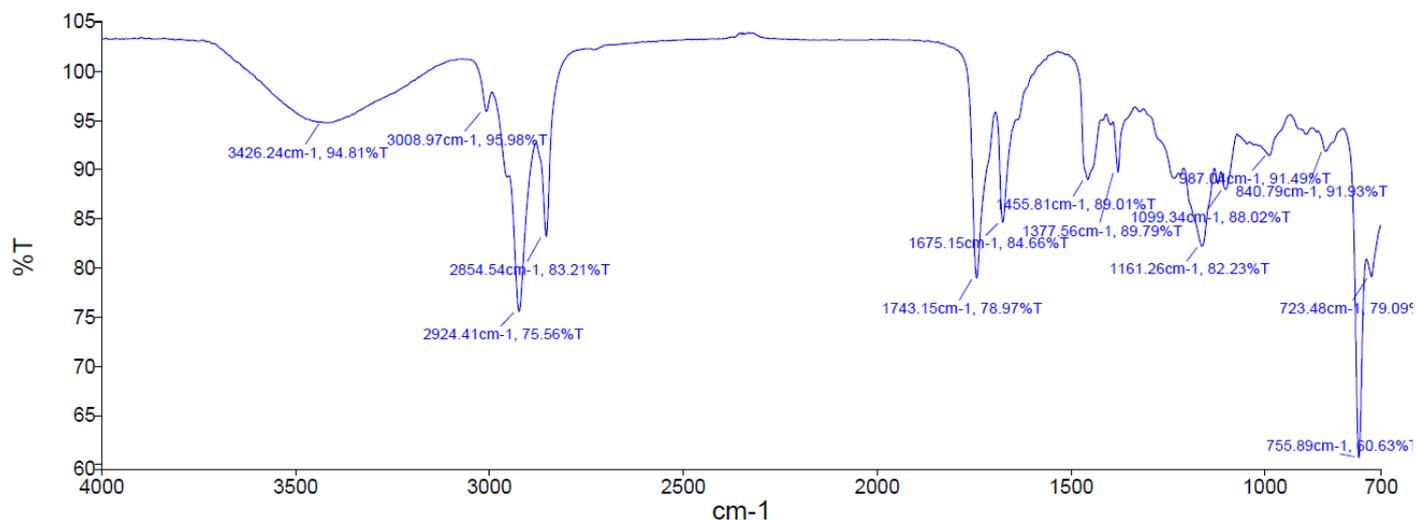


Tabla 11. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M2 muestra 25AM-75AL

Frecuencia FTIR (cm ⁻¹)	Transmitancia %T	Grupo Funcional
3426.24	94.81	R-OH
3008.97	95.98	=C-H (CIS)
2924.41	75.56	-C-H (CH ₂)
2854.54	83.21	-CH ₃ , CH ₂ , C-H
1743.15	78.97	-C=O (ester)
1675.15	84.66	-C=O (ester)
1455.81	89.01	-C-H (CH ₂)
1377.56	89.79	O-H
1161.26	82.23	-HC=CH-
1099.34	88.02	-C-O
987.04	91.49	-HC = CH- (TRANS)
840.73	91.93	=CH ₂
755.89	60.63	-C-H
723.48	79.09	-CH=CH-(CIS)

Fuente: (Shahzadi, 2017) y (Lerma-García et al., 2010)

En la figura 16 se tiene el termograma obtenido de la muestra M2: 25AM-75AL, cada pico con su intensidad se los identifica en la Tabla 10.

Muestra 3 (M3) = 50% Aceite de semilla de maracuyá + 50 % Aceite de

Figura 17. Espectro FTIR de M3

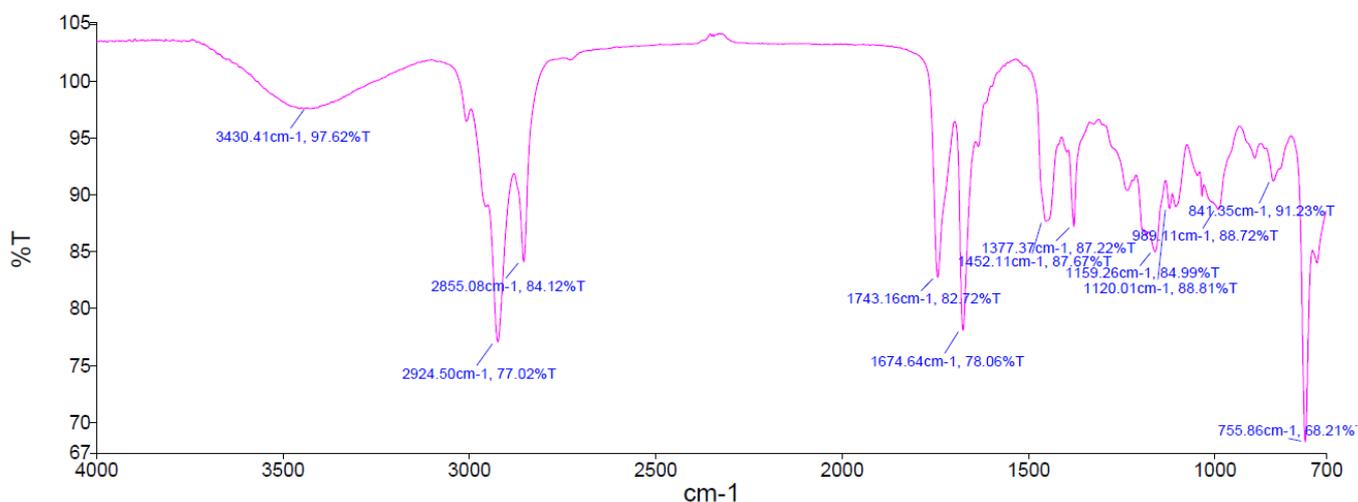


Tabla 12. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M3 muestra 50AM-50AL

Frecuencia FTIR (cm ⁻¹)	Transmitancia %T	Grupo Funcional
3430.41	97.62	R-OH
2924.50	77.02	-C-H (CH ₂)
2855.08	84.12	-CH ₃ , CH ₂ , C-H
1743.16	82.72	-C=O (éster)
1674.64	78.06	-C=O (éster)
1452.11	87.67	-C-H (CH ₂)
1377.37	87.22	O-H
1159.26	84.99	-HC=CH-
1120.01	88.81	-C-O
989.11	88.72	-HC = CH- (TRANS)
841.35	91.23	=CH ₂
755.86	68.21	-C-H

Fuente: (Shahzadi, 2017) y (Lerma-García et al., 2010)

En la figura 17 se observa el espectro obtenido de la muestra 3 (M3): 50AM-50AL, se identifica sus picos y se relaciona con su frecuencia e intensidad en la Tabla 11.

Muestra 4 (M4) = 25% Aceite de semilla de maracuyá + 75 % Aceite de

Limoncillo

Figura 18. Espectro FTIR de M4

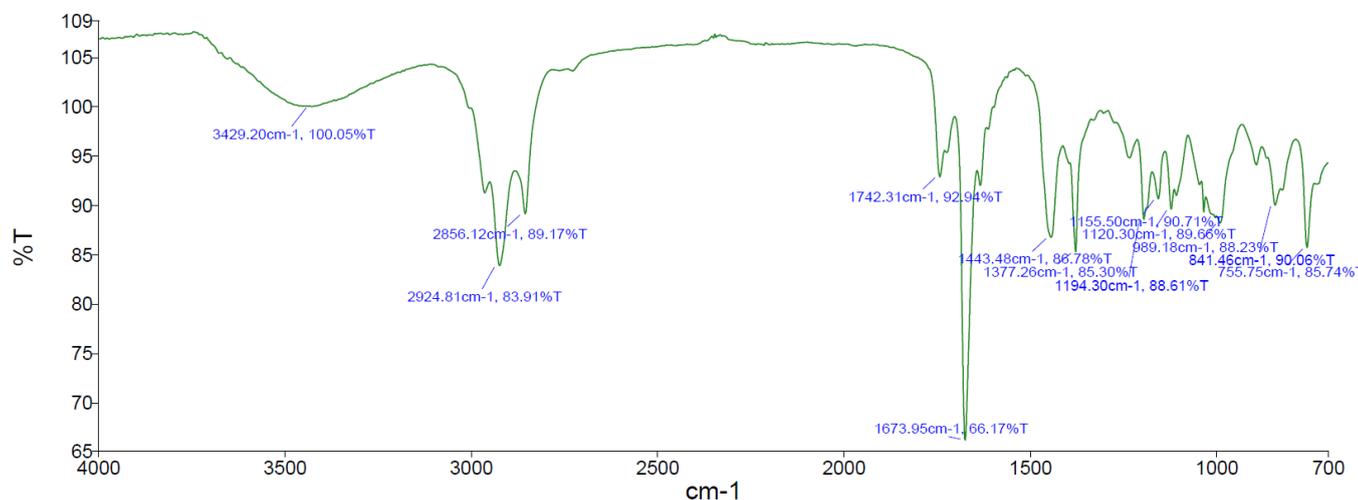


Tabla 13. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M4 muestra 75AM-25AL

Frecuencia FTIR (cm ⁻¹)	Transmitancia %T	Grupo Funcional
3429.20	100.05	R-OH
2924.81	83.91	-C-H (CH ₂)
2856.12	89.17	-CH ₃ , CH ₂ , C-H
1742.31	92.94	-C=O (ester)
1673.95	66.17	-C=O (ester)
1443.48	86.78	-C-H
1377.26	85.30	O-H
1194.30	88.61	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{CH}_3-\text{C}-\text{OR} \end{array}$
1155.50	90.71	-HC=CH-
1120.30	89.66	-C-O
989.18	88.23	-HC = CH- (trans)
841.46	90.06	=CH ₂
755.75	85.74	-C-H

Fuente: (Shahzadi, 2017) y (Lerma-García et al., 2010)

En la figura 18 se observa el espectro obtenido de la muestra 3: 75AM-25AL,

cada uno de los picos con su frecuencia e intensidad se relaciona en la Tabla 12.

Muestra 5 (M5) = 100 % Aceite de Limoncillo

Figura 19. Espectro FTIR para M5

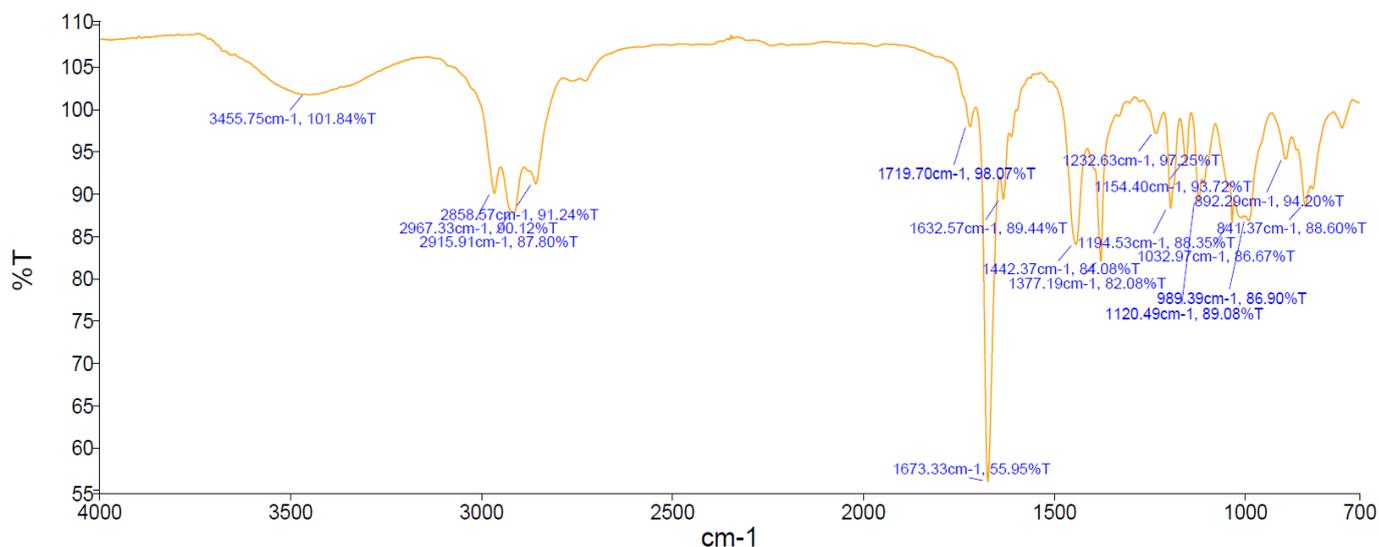


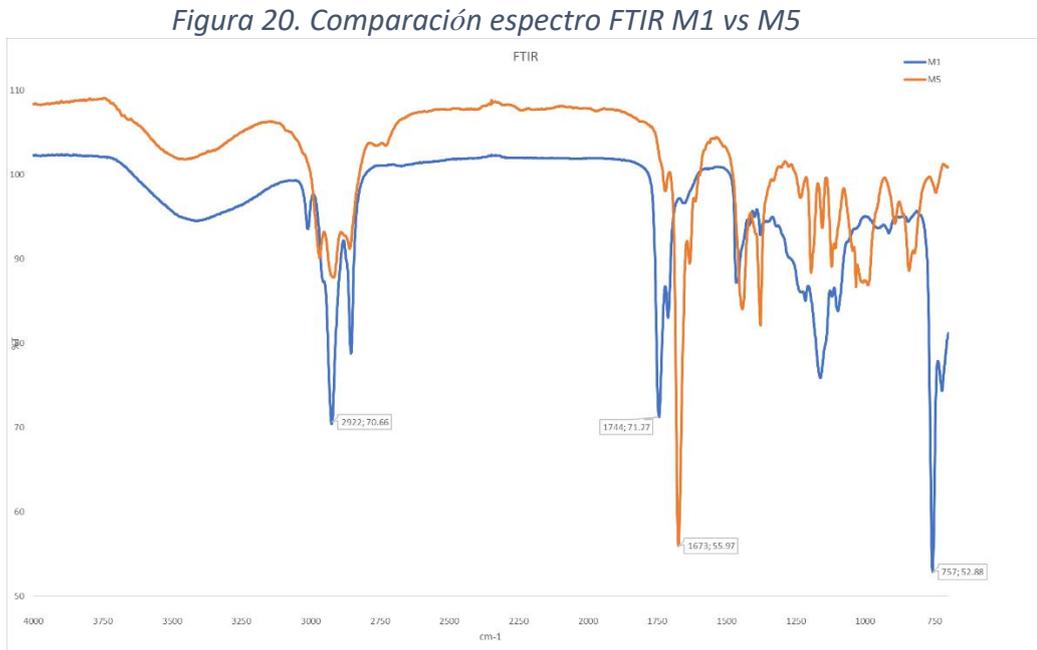
Tabla 14. Frecuencia, Intensidad y grupo funcional para M5 muestra 100AM-AL

Frecuencia FTIR (cm ⁻¹)	Transmitancia %T	Grupo Funcional
3455.75	101.84	R-OH
2967.33	90.12	-C-H (CH ₃)
2915.91	87.80	-C=O
2858.57	91.24	-CH ₃ , CH ₂ , C-H
1719.70	98.07	-C=O (éster)
1673.33	55.95	-C=O (éster)
1632.57	89.44	-HC=CH-
1442.37	84.08	-C-H
1377.19	82.08	O-H
1232.63	97.25	-C-O
1194.53	88.35	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{R}-\text{CH}_3-\text{C}-\text{OR} \end{array}$
1154.40	93.72	-HC=CH-
1120.49	89.08	-C-O
1032.97	86.67	-C-O
892.29	94.20	-HC = CH- (cis)
841.37	88.60	=CH ₂

Fuente: (Shahzadi, 2017) y (Lerma-García et al., 2010)

En la figura 19 se observa el espectro obtenido de la muestra 5: 100AM-AL, cada uno de los picos con su frecuencia e intensidad se relaciona en la Tabla 13.

Las gráficas obtenidas del análisis FTIR de cada una de las muestras presentan distintos picos de los cuales con frecuencias de 3319 cm^{-1} hasta 3376 cm^{-1} corresponden a los grupos hidroxilo, para frecuencias de 3009 cm^{-1} hasta 2856 cm^{-1} están relacionados a los grupos funcionales de ácidos carboxílicos, aminas, amidas primarias y secundarias, para frecuencias entre 2855 cm^{-1} hasta 2978 cm^{-1} se tienen los grupos metilo y metileno (dobles enlaces y cadenas alifáticas de los triacilglicerol), entre 1648 cm^{-1} hasta 1272 cm^{-1} se caracterizan por ser grupos carbonilo, ésteres metílicos, cetonas y aldehídos con frecuencia relacionados con ácidos grasos de cadena larga y en las regiones de baja frecuencia entre 1271 cm^{-1} hasta 800 cm^{-1} se tiene grupos de compuestos lipídicos. (Lerma-García et al., 2010)

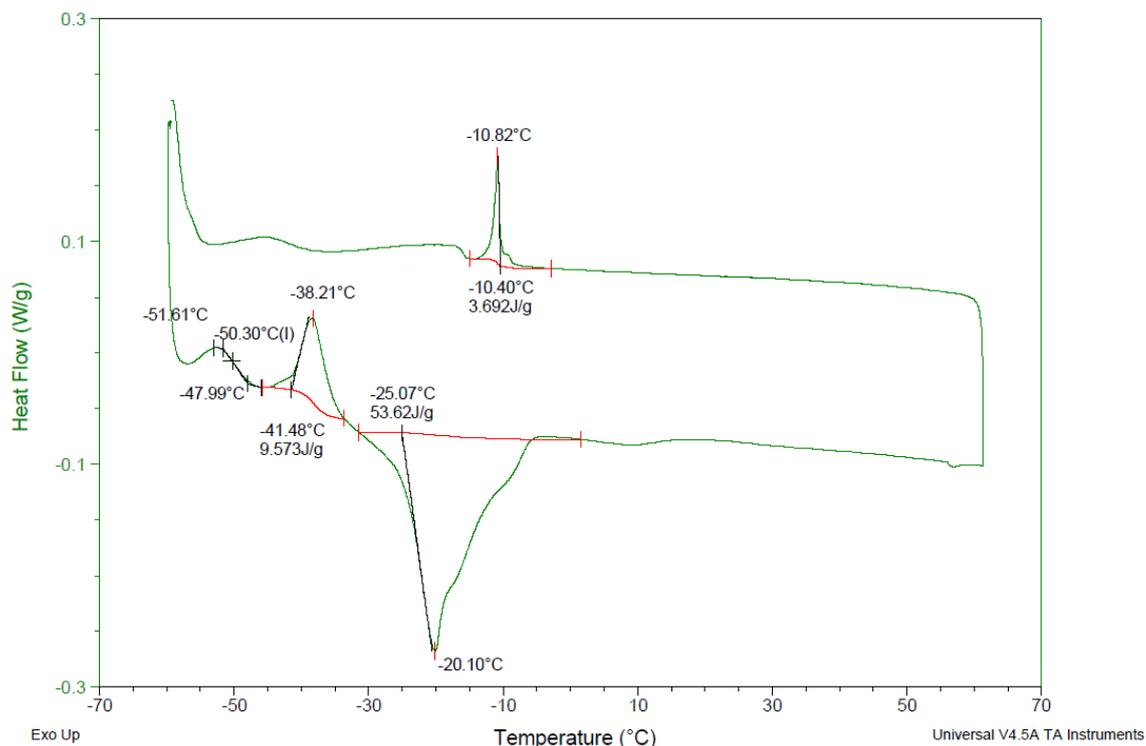


7.3 Calorimetría Diferencial de Barrido (DSC)

Las figuras obtenidas representan las curvas de fusión de las muestras analizadas por el calorímetro diferencial de barrido. Se puede observar picos altos que representan las temperaturas de fusión mientras que el área bajo estos picos son las entalpías de fusión de las muestras analizadas.

Muestra 1 (M1) = 100% Aceite de semilla de maracuyá

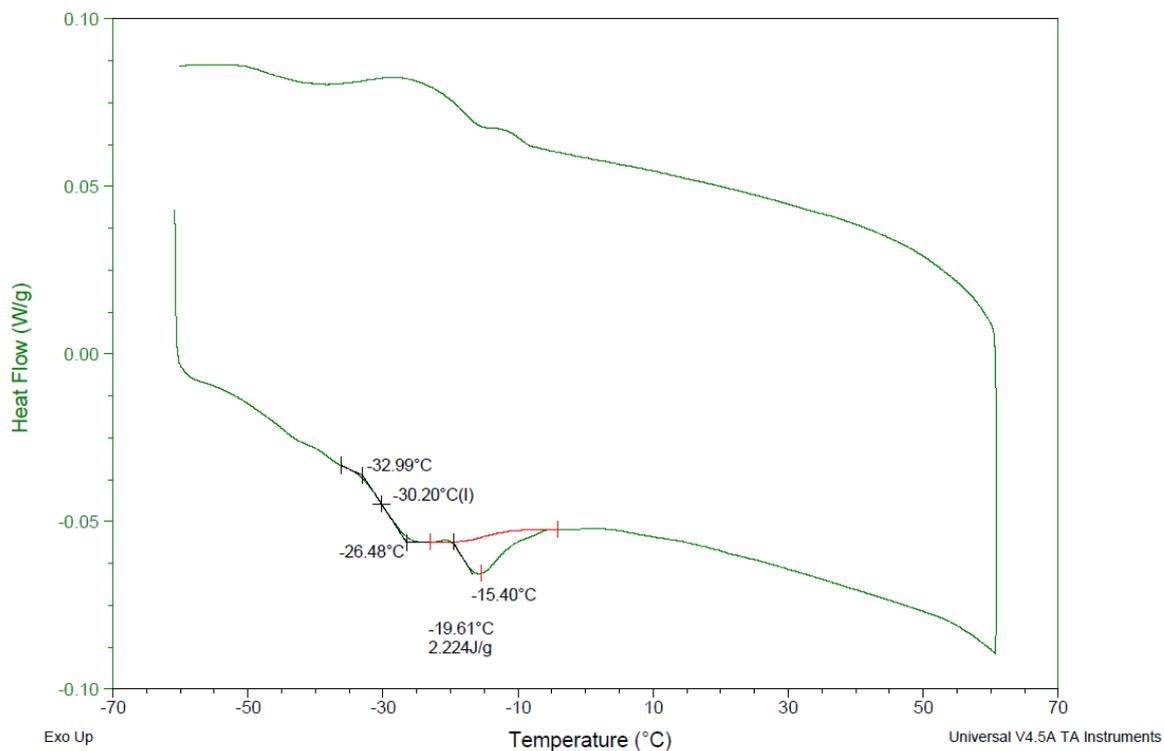
Figura 21. Curva cambio de fase para la muestra 100 AM-AL



Se puede observar que la gráfica de DSC de la muestra M1 en el proceso de calentamiento (línea inferior) presenta una ligera curva exotérmica que inicia a -56°C con un pico a -50.30°C y culmina a los -47.99°C , el proceso de calentamiento continúa con un pico exotérmico que inicia en -41.48°C hasta -34.07°C con su pico máximo a -38.21°C con una entalpia de 9.573 J/g , al continuar el proceso de calentamiento se presenta un pico endotérmico a -20.10°C que inicia desde -25.07°C hasta -5.62°C con una entalpia de 53.62 J/g . Al pasar al proceso de enfriamiento presenta un pico exotérmico a -10.82°C que inicia a -10.4°C hasta -13°C con entalpia de 3.692 J/g .

Muestra 2 (M2) = 75% Aceite de semilla de maracuyá + 25 % Aceite de Limoncillo

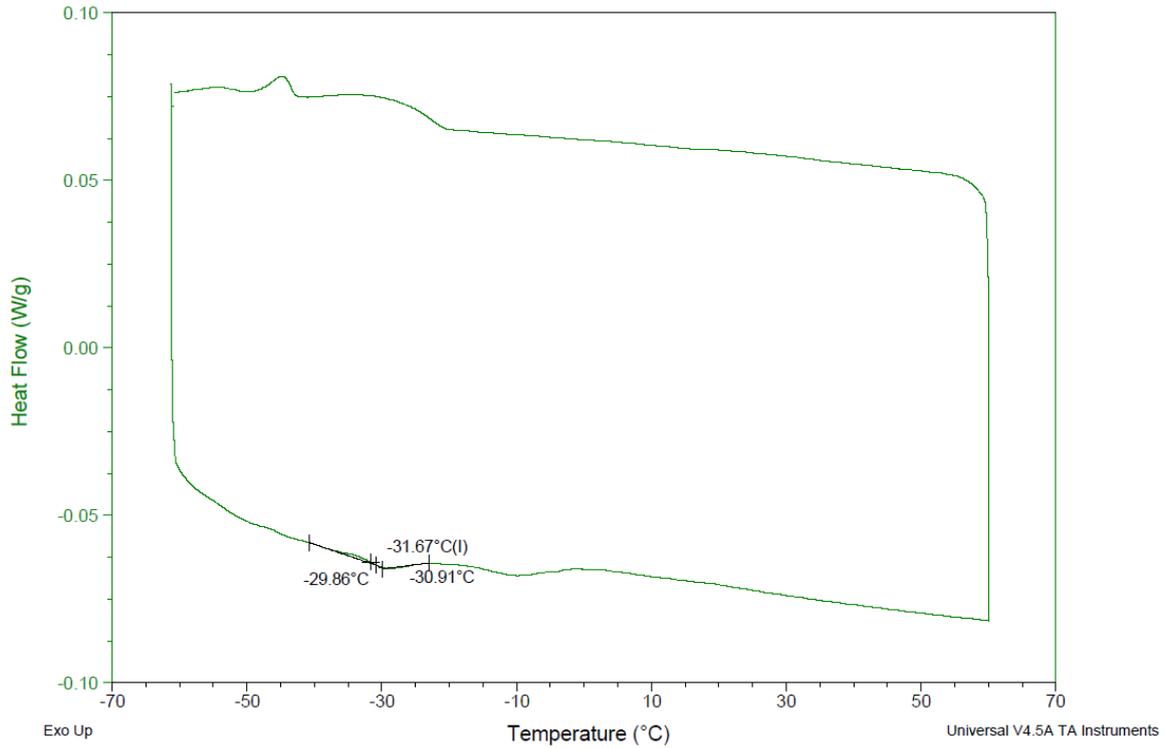
Figura 22. Curva cambio de fase para la muestra 75AM-25AL



La figura en la fase de calentamiento (línea inferior) presenta una curva de -32.99 °C a -26.48 °C seguido de un pico endotérmico a -15.40 °C que inicia desde una temperatura de -19.61 °C hasta una temperatura de -5.02 °C, con una entalpia de fusión de 2.224 J/g.

Muestra 3 (M3) = 50% Aceite de semilla de maracuyá + 50 % Aceite de Limoncillo

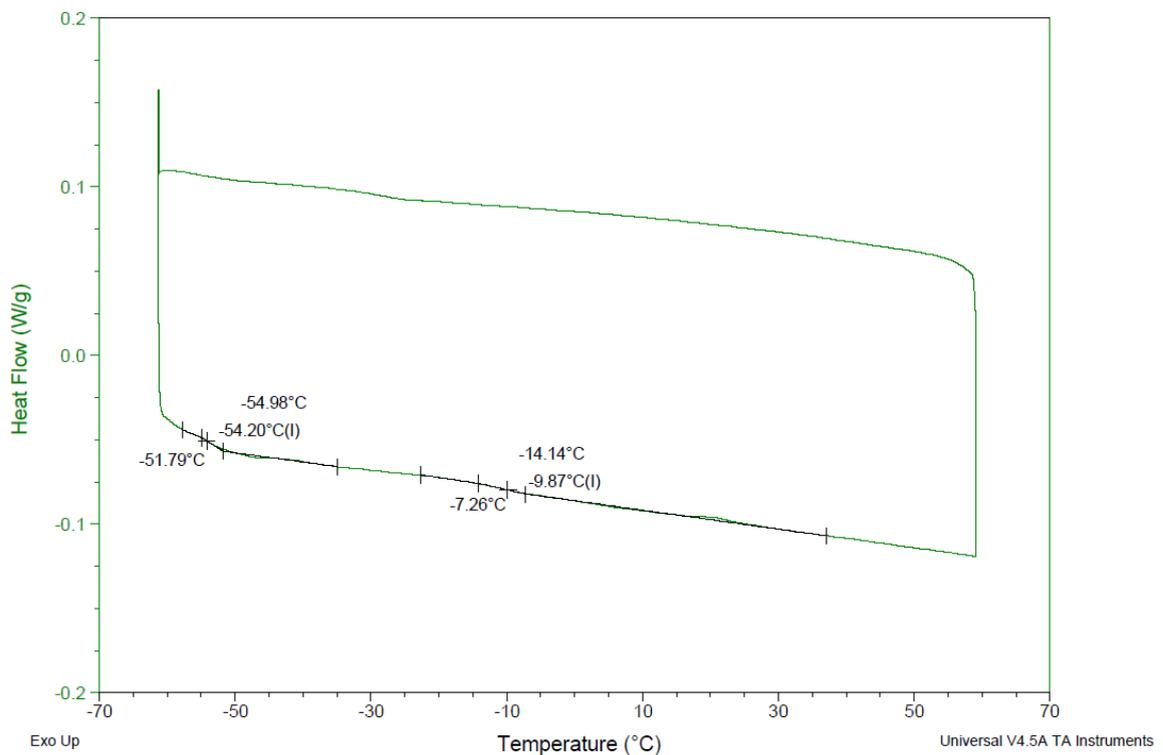
Figura 23. Curva cambio de fase para la muestra 50AM-50AL



La figura presenta un ciclo estable sin picos con una curva entre -29.86°C a -30.91°C en la fase de calentamiento.

Muestra 4 (M4) = 25% Aceite de semilla de maracuyá + 75 % Aceite de Limoncillo

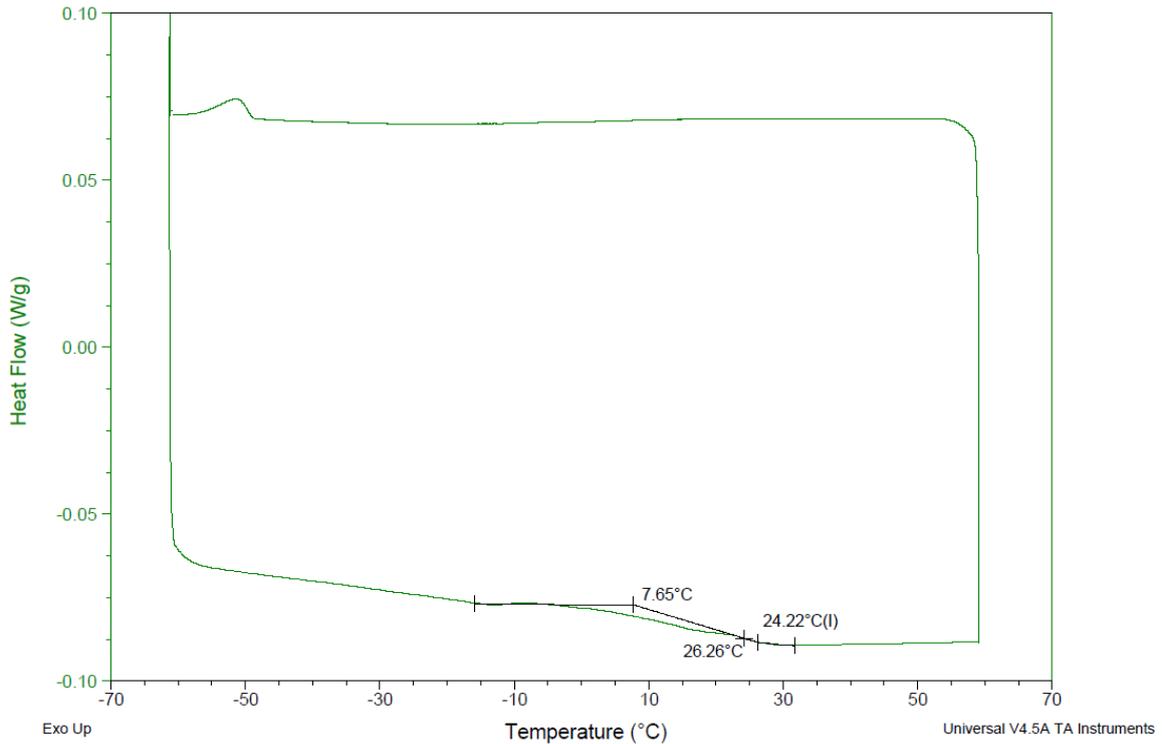
Figura 24. Curva cambio de fase para la muestra 25AM-75AL



La figura no presenta picos, forma un ciclo estable con dos ligeras variaciones entre $-54.98\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-51.79\text{ }^{\circ}\text{C}$ y de $-14.14\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $-7.26\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Muestra 5 (M5) = 100 % Aceite de Limoncillo

Figura 25. Curva cambio de fase para la muestra AM-100AL



Se puede observar que se presenta un ciclo estable con la M5 donde no presentan picos, y una curva entre una temperatura de $7.65\text{ }^{\circ}\text{C}$ a $26.26\text{ }^{\circ}\text{C}$

En la siguiente tabla se presentan los resultados generales obtenidos a partir de las gráficas del DSC

Tabla 15. Datos de las mezclas de aceites del DSC

Muestra	Trans. 1 (T _I , T _M , T _F) °C	Entalpía J/g	Trans. 2 (T _I , T _M , T _F) °C	Entalpía J/g	Trans. 3 (T _I , T _M , T _I) °C	Entalpía J/g
M1: 100AM-AL	-41.48	9.53	-25.07	53.62	-10.82	3.692
	-38.21		-20.10		-10.40	
	-34.07		-5.62		-13	
M2:75AM- 25AL	-19.61	2.224	-	-	-	-
	-15.40		-		-	
	-5.02		-		-	
M3:	-29.86	-	-	-	-	-

50AM-50AL	-30.91					
	-31.67					
M4: 25AM-75AL	-14.14	-	-54.98	-	-	-
	-9.87		-54.20			
	-7.26		-51.79			
M5: AM-AL	7.65	-	-	-	-	-
	24.22					
	26.26					

Nota: Trans: Transición, TM: Temperatura máxima de transición, TF: Temperatura final de transición

Tabla 16. Datos de Temperatura de transición, temperatura de fusión y entalpia de fusión

Muestra	Inicio transición (° C)	Final transición (° C)	Temperatura Fusión (°C)	Entalpia fusión (J/g)
M1:100AM-AL	-	-25.07	-20.10	53.62
M2:75AM-25AL	-	-19.61	-15,40	2.224
M3:50AM-50AL	-29.86	-30.91	-31.67	-
M4:25AM-75AL	-7.26	-14,14	-9.87	-
M5:AM-100AL	5.64	30.13	25.98	-

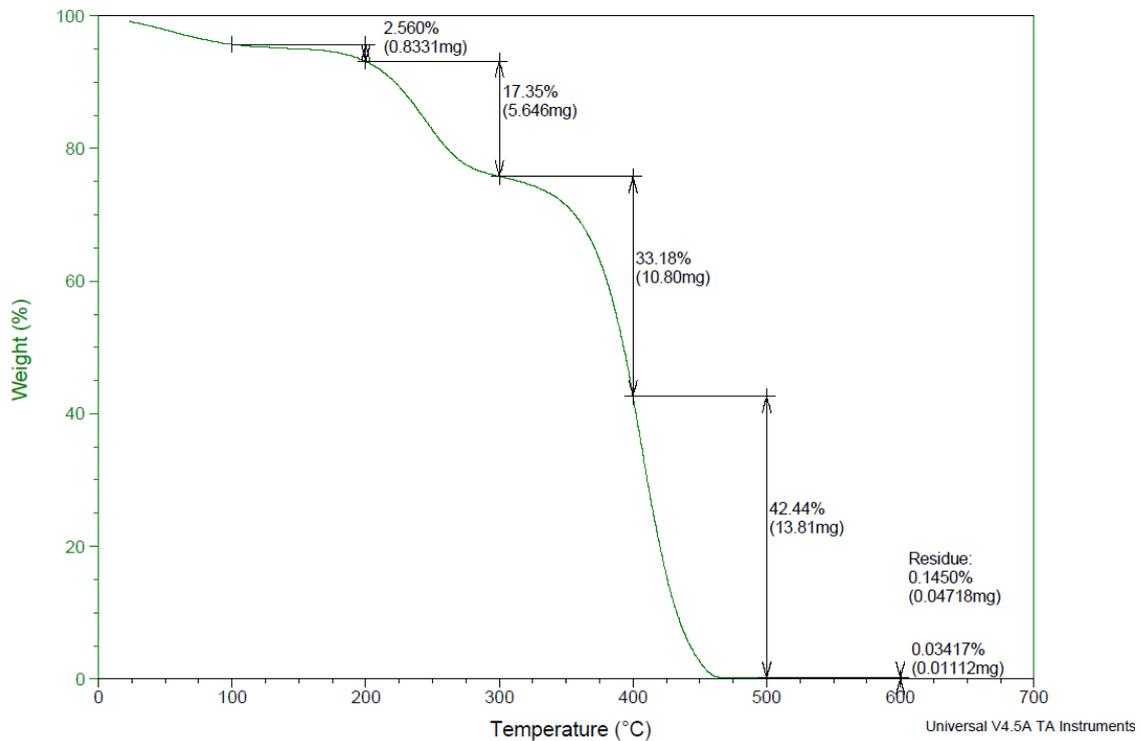
En la Tabla 16 se presenta el resumen de las temperaturas de fusión de las distintas muestras con sus entalpias siendo la muestra M1 la que presenta la que presenta un mayor calor latente.

7.4 Análisis TGA

De los análisis termogravimétricos se obtuvieron graficas que nos indican la pérdida de masa en relación con la pérdida de componentes volátiles de la cual nos permite identificar la temperatura de degradación en aire, y así determinar su proceso de descomposición de cada una de las muestras de aceite.

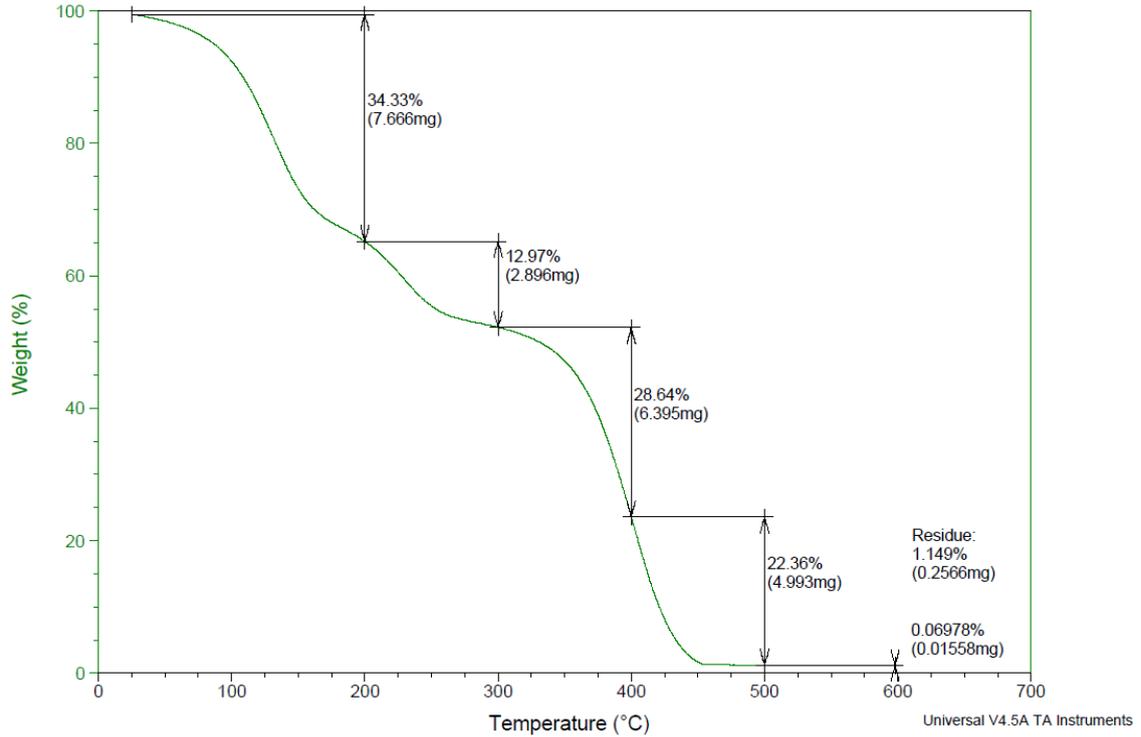
En atmosfera de aire:

Figura 26. Curva termogravimétrica en aire de M1: 100 AM-AL



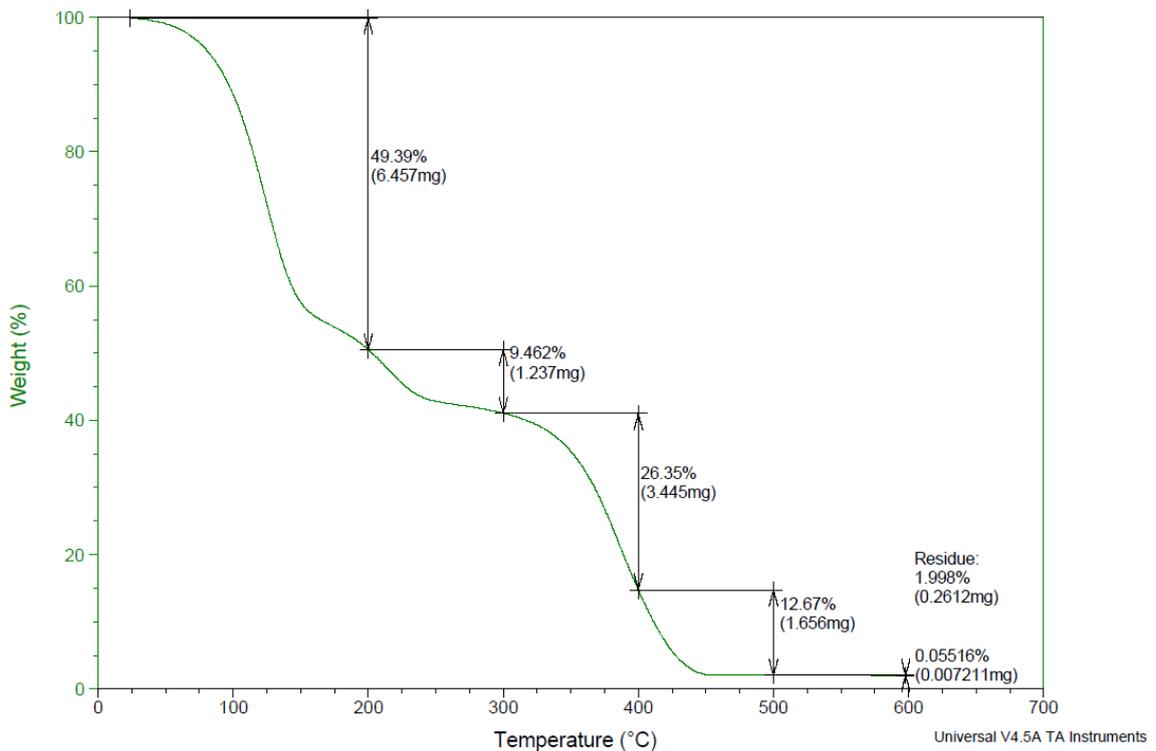
De la gráfica termogravimétrica obtenida de la muestra M1: 100AM-AL se evidencia que se pierde un 2.56% de masa a una temperatura de 200 °C, a los 300°C se pierde un 17.35% adicional de masa, a partir de ahí se empieza a perder progresivamente la masa hasta los 400°C se pierde un 33.18% adicional de masa y a los 500 °C se pierde un 42.44% de masa adicional, en total desde una temperatura de 100°C hasta 600°C se obtuvo un residuo de 0.1450% en un ambiente de aire.

Figura 27. Curva termogravimétrica en aire de M2 75AM-25AL



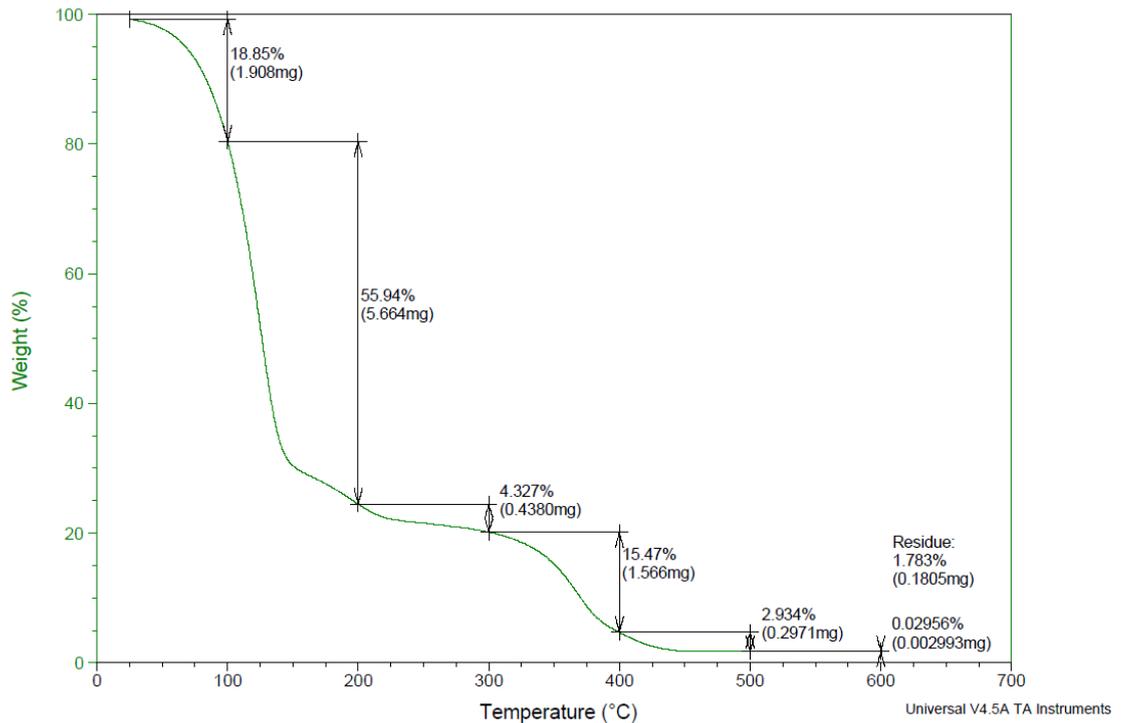
De la gráfica termogravimétrica obtenida de la muestra M2: 75AM-25AL se evidencia que se pierde un 34.33% de masa a una temperatura de 200°C, a los 300°C se pierde un 12.97% adicional, a 400°C se pierde un 28.64% de masa y a 500°C un 22.36% adicional, desde una temperatura de 25°C hasta 500°C queda un residuo de 1.149 % de masa en un ambiente de aire.

Figura 28. Curva termogravimétrica en aire de M3: 50AM-50AL



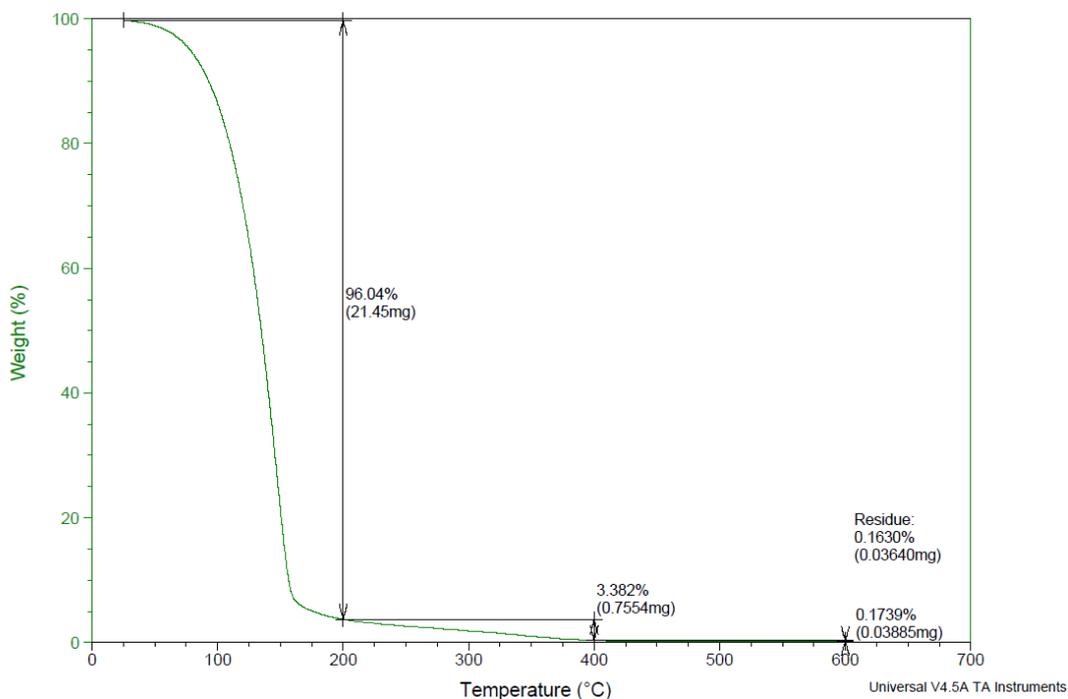
Para la M3: 50AM-50AL la gráfica termogravimétrica obtenida evidencia que se pierde un 49.39% de masa a 200 °C, a 300°C un 9.46% adicional de masa, a 400°C se pierde un 26.35% de masa adicional, hasta los 500 °C se pierde un 12.67% adicional de masa, teniendo un residuo total de 1.998% de masa desde una temperatura de 25°C a 600°C en un ambiente de aire.

Figura 29. Curva termogravimétrica en aire de M4: 25AM-75AL



De la gráfica termogravimétrica obtenida de la muestra M4: 25AM-75AL se evidencia que se pierde un 18.85% de masa a una temperatura de 100°C, a una temperatura de 200 °C se pierde un 55.94% de masa adicional, a una temperatura de 300°C se pierde 4.327% de masa, a 400°C se pierde 15.47% de masa adicional. desde una temperatura de 25°C hasta 600°C se obtiene como residuo 1.783% de masa en un ambiente de aire.

Figura 30. Curva termogravimétrica en aire de M5: AM-100AL



De la gráfica termogravimétrica obtenida de la muestra M5:AM-100AL se evidencia que se pierde un 96.04 % de masa hasta una temperatura de 200°C, hasta una temperatura de 400°C que da un residuo de 0.163% en un ambiente de aire.

Tabla 17. Datos del análisis termogravimétrico de las muestras

Muestra	Masa inicial (mg)	Temperatura 100°C		Temperatura 200°C		Temperatura 300 ° C		Temperatura 400 ° C		Temperatura 500 ° C		Residuo (mg)	Residuo (%)
		%	(mg)	%	(mg)	%	(mg)	%	(mg)	%	(mg)		
M1	32.54	-	-	2.56	0.83	17.35	5.65	33.18	10.8	42.44	13.81	0.047	0.145
M2	22.33	-	-	34.33	7.67	12.97	2.89	28.64	6.39	22.36	4.99	0.256	1.149
M3	13.07	-	-	49.39	6.46	9.46	1.24	26.35	3.45	12.67	1.66	0.261	1.998
M4	10.12	18.65	1.91	55.94	5.66	4.33	0.44	15.47	1.57	2.93	0.29	0.181	1.783
M5	22.34			96.04	21.45			3.38	0.755			0.163	0.036

En la tabla 17 podemos observar el resumen de los datos obtenidos de las pruebas gravimétricas de cada una de las mezclas de aceite en atmósfera de aire. Las

primeras muestras que contienen mayor concentración de aceite de semilla de maracuyá empiezan su degradación a temperaturas elevadas a partir de los 200 °C mientras que a medida que la concentración de aceite de limoncillo aumenta el porcentaje de degradación de más aumenta a temperaturas más bajas, en el caso de la M5 que la muestra es únicamente aceite de limoncillo se produce su degradación del 96% a los 200 °C.

Al final de los 600 °C de temperatura medida llegan a porcentaje reducido de residuo que corresponde a materia inorgánica presente en las muestras de aceites como materia inerte.

Capítulo IV

8. Discusión

El rendimiento de extracción para aceite de semilla de maracuyá por el método de Bligh y Dyer con solvente cloroformo: metanol obtenido en el presente estudio es del 15%. En cuanto al estudio de De Oliveira et al., (2013) obtuvo un rendimiento de 24.3% con hexano, 14.2% con isopropanol, 13.5% con etanol, 14.6% con acetona en una extracción de 4 horas usando extracción soxhlet. Para extracción con ultrasonido con acetona obtuvo 23.8% de rendimiento, con etanol 16.6%, con isopropanol 15.1% y con hexano 16.9 % de rendimiento para una relación 1:4 semilla: solvente por una hora. En el trabajo de (Surlehan et al., 2019) el rendimiento obtenido con hexano por extracción soxhlet es de 23.32%. Para el estudio de Pereira obtiene un rendimiento de 24.63 % por el método de fluidos supercríticos en un tiempo de 180 minutos a 30 °C y 2 MPa, mientras que por el método de extracción asistida por ultrasonido con etanol en una hora obtiene un rendimiento de 21.28% (Pereira et al., 2019). La extracción con hexano obtiene los mejores rendimientos en soxhlet, al ser una sustancia controla limitó su uso en el trabajo. Asimismo, en cuanto al método de extracción Bligh y Dyer obtuvo rendimientos favorables en relación con los otros solventes ya que es un método rápido y efectivo para extracción de lípidos. (González et al., 2011)

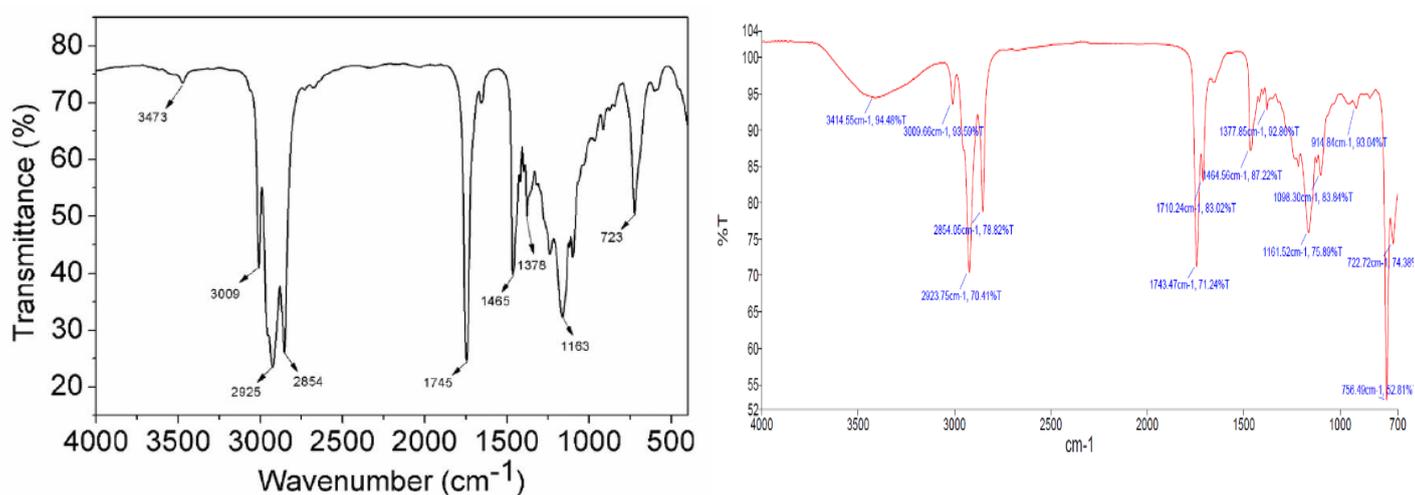
En cuanto al aceite de limoncillo se obtuvo un rendimiento de 0.88%. El rendimiento obtenido por (Dao et al., 2020) es de 0.267 % al extraer de 284 kg de materia prima obtuvo 720 mL de aceite al cabo de 7 horas. Los rendimientos obtenidos al extraer aceites esenciales dependen del tipo de planta. La cantidad de aceite esencial que dispone un ejemplar de hierbaluisa o limoncillo constituye del 0.1 al 1% del peso seco de la planta (López, 2004).

Según el análisis FTIR se logró determinar los componentes químicos presentes en cada una de las muestras, en los espectros obtenidos en la M1 se puede observar que el pico más largo se encuentra a una frecuencia de 756.49 cm^{-1} perteneciente a enlace C-H relacionado para compuestos lipídicos, seguido por una frecuencia de 1743.47 cm^{-1} perteneciente al grupo C=O (éster) relacionado a ácidos grasos indicando que las muestras son oleaginosas y 2923.75 cm^{-1} frecuencia de un enlace C-H (CH_2) relacionado a grupos metilo y metileno (dobles enlaces y cadenas alifáticas de los triacilglicerol). (O. V. Dos Santos et al., 2021)

Al comparar los análisis FTIR con el trabajo de Santos (2021), acerca de la utilización del residuo agroindustrial de semilla de maracuyá observamos el análisis FTIR del aceite que los picos obtenidos son similares, los picos en las longitudes de onda

son similares se obtiene 2923.75 cm^{-1} y en la investigación 2925 cm^{-1} , el segundo pico se obtiene 2854 cm^{-1} valores similares obtenidos en ambos trabajos, así también se tiene un pico a 1743.47 cm^{-1} y en la investigación 1745 cm^{-1} como se observan en las figuras. La variación en la transmitancia en las gráficas del FTIR se dan por factores como normalización de los resultados en el equipo por parte del analista, calidad de contacto de la muestra con el cristal que disminuyen la claridad del espectro (picos sean más claros), y por solventes presentes en la muestra que pueden dificultar la identificación de sus picos. El pico con su longitud de onda nos ayuda para identificar su grupo funcional, en cambio el porcentaje de transmitancia con la relación entre picos nos sirve de guía para identificar su grupo funcional y concentración. (Cortez, 2017).

Figura 31. Comparación FTIR semilla de maracuyá



Fuente:(O. V. Dos Santos et al., 2021)

En cuanto a la muestra M5, se encuentra a una frecuencia de 1673.33 cm^{-1} perteneciente a C=O (éster) relacionada a ácidos grasos indicando que las muestras son oleaginosas. El componente Citral que presenta el mayor porcentaje dentro del aceite esencial de hierbaluisa está formado por la combinación de dos estereoisómeros que son el neral o citral B (cis) y geranial o citral A (trans), los cuales aportan el olor cítrico característico a limón (Lewis, 2007).

Este componente cuenta en su estructura con todas las moléculas que presentan picos dentro del IR, la cual es responsable del olor cítrico tan característico de la hierbaluisa y por la cual lleva el nombre científico de *Cymbopogon citratus*.

En todas las muestras analizadas se presentan picos proporcionales a su concentración y composición que nos permite identificar estabildades químicas del material en cada una de las mezclas estudiadas.

De los análisis de DSC se presentan termogramas distintos para cada muestra,

para la M1 que tiene 100% aceite de semilla de maracuyá en la fase de calentamiento presenta un pico exotérmico a -38.21°C y entalpia de 9.573 J/g donde libera energía, luego se presenta un pico endotérmico a -20.10°C donde requiere de energía siendo este el punto de fusión con una capacidad calórica de 53.62 J/g . mientras que en la fase de enfriamiento presenta un pico exotérmico a -10.82°C y 3.69 J/g de capacidad calórica donde libera energía. Comparando con la investigación realizada por (O. V. Dos Santos et al., 2021) en la gráfica obtenida del análisis de colorimetría diferencial de barrido se obtiene un pico exotérmico a los -17.8°C con una capacidad calórica de 6.23 J/g en la fase de calentamiento esto debido al alto contenido de ácidos grasos poliinsaturados y en la fase de enfriamiento una curva endotérmica a -18.8°C , por lo tanto, las temperaturas de cristalización y fusión son muy bajas, lo que le da a este aceite una característica líquida a temperatura ambiente (25°C).

De la muestra M5 perteneciente a 100 % aceite de limoncillo en la fase de enfriamiento se encuentra estable y en la fase de calentamiento presenta una ligera curva entre 26.26°C a 7.65°C donde se analiza el comportamiento del aceite entre -60°C a 60°C . Comparando con los resultados obtenidos por (Martins et al., 2011) de aceite de limoncillo se observa que se encuentra un pico endotérmico a 220°C presentando únicamente un pico de vaporización a altas temperaturas y no presenta cambios a temperaturas bajas asemejándose a los resultados obtenidos en nuestro análisis.

Para las mezclas de las muestras tenemos variaciones de las curvas de cristalización en la fase de calentamiento, por ejemplo, en la muestra 2 (M2) = 75% Aceite de semilla de maracuyá + 25 % Aceite de Limoncillo, presenta un pico endotérmico desde una temperatura de -15.40°C hasta una temperatura de -19.61°C , con una entalpia de fusión de 2.224 J/g . La muestra 3 (M3) = 50% Aceite de semilla de maracuyá + 50 % Aceite de Limoncillo la figura presenta un ciclo estable sin picos con una curva de cristalización entre -31.67°C a -30.91°C . En cuanto a la muestra 4 (M4) = 25% Aceite de semilla de maracuyá + 75 % Aceite de Limoncillo. La figura no presenta picos, forma un ciclo estable con dos curvas entre -54.98°C a -51.79°C y de -7.26°C a -14.14°C . Y finalmente la Muestra 5 (M5) = 100 % Aceite de Limoncillo se puede observar que se presenta un ciclo estable con donde no presentan picos, y una curva de cristalización entre una temperatura de 7.65°C a 26.26°C , tomando a relación que en el aceite de limoncillo no existe cambio de fase en el rango de -60°C a 60°C mientras que en el de semilla de maracuyá presenta su punto de fusión a -25.07°C con capacidad calórica de 53.62 J/g . El calor latente va disminuyendo en proporción directa a la concentración del aceite de limoncillo, esto se debe al contenido de ácidos grasos poliinsaturados que tiene el aceite. De lo cual podemos decir que ha mayor cantidad de

poliinsaturados menor calor latente de fusión.

De los análisis termogravimétricos se identifica la temperatura de degradación en aire y la pérdida de masa en relación con la pérdida de componentes volátiles, y así determinar su proceso de descomposición de cada una de las muestras de aceite. Para la M1: 100AM-AL proceso de descomposición se realiza en varias etapas hasta los 300 °C se descompone cerca del 20% de la masa, y de 350 - 450°C se descompone el 75.62% de masa con un total de descomposición a esa temperatura de 95.53% de masa en ambiente de aire. Comparando los resultados con el estudio realizado por (O. V. Dos Santos et al., 2021) la descomposición del aceite de semilla de maracuyá se en un solo paso de 345°C a 424°C, descomponiéndose el 40.2% indicando la presencia de materia inorgánica en su aceite. En cuanto a la M1 la primera etapa de descomposición se debe a contaminante o residuo debido al tipo de extracción realizada por maceración con solventes.

La M2: 75AM-25AL el porcentaje de pérdida de masa a una temperatura de 200°C es 34.33%, para la muestra M3: 50AM-50AL es de 49.39 %, para M4: 25AM-75AL es de 60.5222% y para la M5: AM-100AL es del 96.69% de pérdida de masa, por ello a medida que aumenta la proporción de aceite de limoncillo la temperatura de degradación de masa se da a una menor debido a que ha esta temperatura los compuestos volátiles y ácidos grasos poliinsaturados se eliminan.

Los PCM deben presentar estabilidad térmica en el rango de aplicación para que el aceite no se descomponga y cumpla su función de absorber la mayor cantidad de calor posible y mantener equilibrada la temperatura exterior.

Capítulo V

9. Conclusiones

- El método de extracción de aceites esenciales por arrastre de vapor permitió obtener un aceite estable de limoncillo (hierbaluisa) con un rendimiento de 0.88%.
- El aceite de semilla de maracuyá se obtuvo por extracción con solventes por el método de Bligh y Dyer con cloroformo/metanol para una posterior purificación de lo cual se extrae a partir de 200g de materia prima 30 mL de aceite, con un rendimiento del 15%.
- A partir del análisis FTIR se pudo identificar los grupos funcionales y composición química predominante en cada una de las muestras y argumentar que los métodos de extracción implementados fueron los apropiados.
- Según el análisis DSC permitió identificar la temperatura y entalpías de fusión de cada una de las mezclas de aceites estudiadas, la muestra M1: 100AM-AL presentó el calor latente más favorable con 53.54 J/g, las demás muestras no presentan entalpías de fusión en el rango estudiado. Relacionando estos resultados con la composición química se puede decir que ha un menor valor de contenido de ácidos grasos poliinsaturados se obtendrá un mayor calor latente, lo que permite mejor absorción de calor del aceite.
- Del análisis termogravimétrico (TGA) las muestras con mayor concentración de aceite de semillas de maracuyá empiezan su degradación a temperaturas mayores, alrededor de 400 °C, mientras que los aceites con aceite de limoncillo su descomposición llega hasta los 200°C.
- Al analizar las propiedades térmicas de las mezclas del aceite de semilla de maracuyá y hierbaluisa se puede evidenciar que estos materiales pueden ser aplicados como PCM para aplicaciones a bajas temperaturas, con mejores resultados en mezclas con concentraciones mayores de aceite de semilla de maracuyá.
- Los aceites estudiados buscan ser aporte para el estudio de desechos y material orgánico de la zona buscando aprovechar residuos y materia prima local siendo posibles materiales de cambio de fase a bajas temperaturas con el aceite de semilla de maracuyá.

10. Recomendaciones

Se recomienda hacer un estudio de los procesos de extracción de aceites a nivel industrial con mejores rendimientos de extracción

Se recomienda hacer un análisis computacional de la eficiencia térmica de los aceites analizados que permita modelar el comportamiento del aceite caracterizado en aplicaciones de conservación de energía como material de cambio de fase.

Se recomienda hacer más estudios de los residuos de los productos consumidos en el país, ya que se desconoce sus propiedades físicas, químicas y térmicas, siendo estos residuos posibles subproductos a nivel industrial con diferentes aplicaciones para reducir impacto ecológico y buscar la sostenibilidad de las empresas minimizando desechos.

Se recomienda hacer distintos estudios con distintas mezclas de aceites que permitan mejorar las entalpías de las muestras para poder mejorar sus propiedades como material de cambio de fase.

.

.

11. Bibliografía

- Aguirre, F. (2015). *Síntesis y Caracterización de capas Conductoras de Oxido de Grafeno(GO): Propiedades Vibracionales bajo Condiciones Extremas de Presión y Temperatura*.
- Alonso-Gato, M., Astray, G., Mejuto, J. C., & Simal-Gandara, J. (2021). Essential oils as antimicrobials in crop protection. In *Antibiotics* (Vol. 10, Issue 1, pp. 1–12). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/antibiotics10010034>
- Badia, J. (2007). " *Caracterización termogravimétrica de las operaciones de reprocesado de poli(tereftalato de etileno) (PET) "*.
- Cahn, R. W. (Robert W.), & Lifshin, Eric. (1993). *Concise encyclopedia of materials characterization*. Pergamon Press.
- Chau, C. F., & Huang, Y. L. (2004). Characterization of passion fruit seed fibres - A potential fibre source. *Food Chemistry*, 85(2), 189–194. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2003.05.009>
- Cortez. (2017). *Analisis de los espectros de infrarrojo*.
- da Silva, J. K., Cazarin, C. B. B., Colomeu, T. C., Batista, Â. G., Meletti, L. M. M., Paschoal, J. A. R., Bogusz Júnior, S., Furlan, M. F., Reyes, F. G. R., Augusto, F., Maróstica Júnior, M. R., & de Lima Zollner, R. (2013). Antioxidant activity of aqueous extract of passion fruit (*Passiflora edulis*) leaves: In vitro and in vivo study. *Food Research International*, 53(2), 882–890. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2012.12.043>
- Dao, T. P., Do, H. T., Le, Q. K., van Gia Phap, N., Bach, L. G., van Muoi, N., & Cang, M. H. (2020). Kinetic Studies on Extraction of Essential Oil from Lemongrass Leaves (*Cymbopogon citratus*) by Steam Distillation Industrial Scale. *Asian Journal of Chemistry*, 32(6), 1399–1403. <https://doi.org/10.14233/ajchem.2020.22227>
- de Oliveira, R. C., Davantel De Barros, S. T., & Gimenes, M. L. (2013). The extraction of passion fruit oil with green solvents. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 458–463. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.004>
- De Oliveira, R. C., Davantel De Barros, S. T., & Gimenes, M. L. (2013). The extraction of passion fruit oil with green solvents. *Journal of Food Engineering*, 117(4), 458–463. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2012.12.004>
- dos Santos, M. A. Z., Alicieo, T. V. R., Pereira, C. M. P., Ramis-Ramos, G., & Mendonça, C. R. B. (2014). Profile of bioactive compounds in avocado pulp oil: Influence of the drying processes and extraction methods. *JAOCs, Journal of the American Oil Chemists' Society*, 91(1), 19–27. <https://doi.org/10.1007/s11746-013-2289-x>
- Dos Santos, O. V., Vieira, E. L. S., Soares, S. D., da CONCEIÇÃO, L. R. V., Do Nascimento, F. D. C. A., & Teixeira-Costa, B. E. (2021). Utilization of agroindustrial residue from passion fruit (*Passiflora edulis*) seeds as a source of fatty acids and bioactive substances. *Food Science and Technology (Brazil)*, 41, 218–225. <https://doi.org/10.1590/fst.16220>
- Eckert, K. A., Dasgupta, S., Selge, B., & Ay, P. (2016). Solid liquid phase diagrams of binary fatty acid mixtures - Palmitic/stearic with oleic/linoleic/linolenic acid mixture. *Thermochimica Acta*, 630, 50–63. <https://doi.org/10.1016/j.tca.2016.02.008>
- Fabiani, C., Pisello, A. L., Barbanera, M., & Cabeza, L. F. (2020). Palm oil-based bio-PCM for energy efficient building applications: Multipurpose thermal investigation and life cycle assessment. *Journal of Energy Storage*, 28. <https://doi.org/10.1016/j.est.2019.101129>
- Folch, J., Lees, M., & Sloane, G. H. (1957). *A SIMPLE METHOD FOR THE ISOLATION AND PURIFICATION OF TOTAL LIPIDES FROM ANIMAL TISSUES*.
- Godoy-Vaca, L., Vallejo-Coral, E. C., Martínez-Gómez, J., Orozco, M., & Villacreses, G. (2021). Predicted medium vote thermal comfort analysis applying energy simulations with phase change materials for very hot-humid climates in social housing in ecuador. *Sustainability (Switzerland)*, 13(3), 1–31. <https://doi.org/10.3390/su13031257>
- González, A., Galindo, L., González, S., & Peralta, Y. (2011). *Adaptación del Método Bligh & Dyer a la Extracción de Lípidos de Microalgas Colombianas para la Producción de Biodiesel de Tercera Generación*.
- González, A., Kafarov, V., & Guzmán Monsalve, A. (2009). *Desarrollo de métodos de extracción de aceite en la cadena de producción de biodiesel a partir de microalgas* (Vol. 7, Issue 2).
- Granados, C., Yáñez, X., & Acevedo, D. (2014). Evaluación de la actividad antioxidante del aceite esencial foliar de *myrcianthes leucoxylla* de Norte de Santander (Colombia). *Informacion Tecnologica*, 25(3), 11–16. <https://doi.org/10.4067/S0718-07642014000300003>
- Hartatie, E. S., Prihartini, I., Widodo, W., & Wahyudi, A. (2019). Bioactive Compounds of Lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil from different parts of the plant and distillation methods as natural antioxidant in broiler meat. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 532(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/532/1/012018>
- Huerta Orgánica. (2019). *Limonaria o hierba de limón*. <https://web.archive.org/web/20180723034403/https://huertaorganica.org/limonaria-o-hierba-de-limon/>

- International Energy Agency. (2022). *ENERGY TRANSITION OUTLOOK 2022 A global and regional forecast to 2050*.
- International Energy Agency, I. (2018). *The Future of Cooling Opportunities for energy-efficient air conditioning*. www.iea.org/t&c/
- Iverson, S., Lang, S., & Cooper, M. (2001). *Comparison of the Bligh and Dyer and Folch Methods for Total Lipid Determination in a Broad Range of Marine Tissue*.
- Lerma-García, M. J., Ramis-Ramos, G., Herrero-Martínez, J. M., & Simó-Alfonso, E. F. (2010). Authentication of extra virgin olive oils by Fourier-transform infrared spectroscopy. *Food Chemistry*, *118*(1), 78–83. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.04.092>
- Lewis, S. (2007). Hawley's Condensed Chemical Dictionary. *Communications and Network*, *05*(01), 81–85. <https://doi.org/10.4236/cn.2013.51b019>
- Lobera, S. (2020). *Almacenamiento interestacional de energía térmica*.
- López, M. T. (2004). Los aceites esenciales. Aplicaciones farmacológicas, cosméticas y alimentarias. *Offarm*, *23*(7), 88–91. <https://www.elsevier.es/es-revista-offarm-4-articulo-los-aceites-esenciales-13064296>
- Majewska, E., Kozłowska, M., Gruczynska-Sekowska, E., Kowalska, D., & Tarnowska, K. (2019). Lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil: Extraction, composition, bioactivity and uses for food preservation - A review. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*, *69*(4), 327–341. <https://doi.org/10.31883/pjfn/113152>
- Martins, P., Sbaite, P., Benites, C., & Maciel, M. (2011). *Thermal Characterization of Orange, Lemongrass, and Basil Essential Oils*.
- Melo, A., & Mora, N. (2018). *Evaluación técnico-financiera para el proceso de obtención de aceite vegetal a partir de aguacate (Persea Americana) variedad lorena*.
- Nazir, H., Batool, M., Bolivar Osorio, F. J., Isaza-Ruiz, M., Xu, X., Vignarooban, K., Phelan, P., Inamuddin, & Kannan, A. M. (2019). Recent developments in phase change materials for energy storage applications: A review. In *International Journal of Heat and Mass Transfer* (Vol. 129, pp. 491–523). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.ijheatmasstransfer.2018.09.126>
- Ngan, T. T. K., Hien, T. T., Danh, P. H., Nhan, L. T. H., & Tien, L. X. (2020). Formulation of the Lemongrass (*Cymbopogon citratus*) essential oil-based eco-friendly diffuse solution. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, *959*(1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/959/1/012024>
- Noël, J. A., Kahwaji, S., Desgrosseilliers, L., Groulx, D., & White, M. A. (2016). Phase Change Materials. In *Storing Energy: With Special Reference to Renewable Energy Sources* (pp. 249–272). Elsevier Inc. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-803440-8.00013-0>
- Pardauil, J. J. R., de Molfetta, F. A., Braga, M., de Souza, L. K. C., Filho, G. N. R., Zamian, J. R., & da Costa, C. E. F. (2017). Characterization, thermal properties and phase transitions of amazonian vegetable oils. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, *127*(2), 1221–1229. <https://doi.org/10.1007/s10973-016-5605-5>
- Peñalosa. (2016). *Avances en Determinacion de Propiedades Termofisicas de Materiales de Cambio de Fase: Búsqueda y Analisis de Nuevos Materiales PCM-TES de Bajo Coste*. Universidad Zaragoza.
- Pereira, M. G., Maciel, G. M., Haminiuk, C. W. I., Bach, F., Hamerski, F., de Paula Scheer, A., & Corazza, M. L. (2019). Effect of Extraction Process on Composition, Antioxidant and Antibacterial Activity of Oil from Yellow Passion Fruit (*Passiflora edulis* Var. *Flavicarpa*) Seeds. *Waste and Biomass Valorization*, *10*(9), 2611–2625. <https://doi.org/10.1007/s12649-018-0269-y>
- Pérez Aldana, M. A., Rodríguez Linares, R. A., & Santos López, A. S. (2021). *Estudio de factibilidad del proceso de producción sostenible de aceite de aguacate para uso en la industria de cosméticos*.
- Pino, J., Fon-Fay, F., Pérez, J., Falco, A., Rodríguez, J., Hernández, I., Rodeiro, I., & Fernández, M. (2018). *Chemical composition and biological activities of essential oil from lemongrass (Cymbopogon citratus [D.C.] Stapf.) leaves grown in Amazonian Ecuador*. Revista CENIC. <https://www.redalyc.org/journal/1816/181661081008/html/>
- Reyes-Cueva, E., Nicolalde, J. F., & Martínez-Gómez, J. (2020). Characterization of Unripe and Mature Avocado Seed Oil in Different Proportions as Phase Change Materials and Simulation of Their Cooling Storage. *Molecules (Basel, Switzerland)*, *26*(1). <https://doi.org/10.3390/molecules26010107>
- Reyes-Cueva, E., Nicolalde, J. F., & Martínez-Gómez, J. (2021). Characterization of Unripe and Mature Avocado Seed Oil in Different Proportions as Phase Change Materials and Simulation of Their Cooling Storage. *Molecules*, *26*(1). <https://doi.org/10.3390/MOLECULES26010107>
- Salazar Pérez, L. E. (2012). *EVALUACIÓN DE MÉTODOS DE EXTRACCIÓN DE ACEITE DE MICROALGAS PARA LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL*.
- Sarbu, I. (2017). Thermal Energy Storage. In *Advances in Building Services Engineering* (pp. 559–627). Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-030-64781-0_7
- Satriana, S., Supardan, M. D., Arpi, N., & Wan Mustapha, W. A. (2019). Development of Methods Used in the Extraction of Avocado Oil. In *European Journal of Lipid Science and Technology* (Vol. 121, Issue 1). Wiley-

VCH Verlag. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201800210>

- Selvnes, H., Allouche, Y., Manescu, R. I., & Hafner, A. (2021). Review on cold thermal energy storage applied to refrigeration systems using phase change materials. In *Thermal Science and Engineering Progress* (Vol. 22). Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.tsep.2020.100807>
- Shahzadi, M. P. (2017). Lemon Grass (*Cymbopogon citratus*). In *Grasses - Benefits, Diversities and Functional Roles*. InTech. <https://doi.org/10.5772/intechopen.69518>
- Sharma, A., Tyagi, V. V., Chen, C. R., & Buddhi, D. (2009). Review on thermal energy storage with phase change materials and applications. In *Renewable and Sustainable Energy Reviews* (Vol. 13, Issue 2, pp. 318–345). <https://doi.org/10.1016/j.rser.2007.10.005>
- Skaria, B. P., Joy, P., Mathew, G., Mathew, S., Joseph, A., & Peter, K. v. (2012). *Handbook of herbs and spices*.
- Skoog, D., Holler, J., & Crouch, S. (2015). *Principios de Analisis Instrumental* (Cengage Learning).
- Surlehan, H. F., Noor Azman, N. A., Zakaria, R., & Mohd Amin, N. A. (2019). Extraction of oil from passion fruit seeds using surfactant-assisted aqueous extraction. *Food Research*, 3(4), 348–356. [https://doi.org/10.26656/fr.2017.3\(4\).146](https://doi.org/10.26656/fr.2017.3(4).146)
- Universidad Miguel Hernández de Elche. (2009). *TRANSMITANCIA, ABSORBANCIA Y LEY DE LAMBERT-BEER*. Departamento de Biología Aplicada . https://repositorio.innovacionumh.es/Proyectos/P_22CursoMateriales/Miguel_Angel_Sogorb/Wimba/Espectroscopia_05.htm
- Vidal, C. (2020). *Diferencia entre el hidrolato y el aceite esencial*. Intituto de Dermocosmética. <https://www.institutodermocosmetica.com/diferencia-entre-el-hidrolato-y-el-aceite-esencial/>
- Zhou, D., Zhou, Y., Yuan, J., & Liu, Y. (2020). Palmitic Acid-Stearic Acid/Expanded Graphite as Form-Stable Composite Phase-Change Material for Latent Heat Thermal Energy Storage. *Journal of Nanomaterials*, 2020. <https://doi.org/10.1155/2020/1648080>