



**EVALUACIÓN FISCOQUÍMICA DEL ACEITE Y MADERAS DE TRES
ESPECIES VEGETALES**

DANNY ESTHER CARABALLO LAZA

**GRUPO DE FISCOQUÍMICA ORGÁNICA
LINEA DE BIOCOMBUSTIBLES**

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
MAESTRÍA EN CIENCIAS QUÍMICAS**

MONTERÍA

2022

**EVALUACIÓN FÍSICOQUÍMICA DEL ACEITE Y MADERAS DE TRES
ESPECIES VEGETALES**

**TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARA OBTENER EL
TÍTULO DE MAGÍSTER EN CIENCIAS QUÍMICAS**

DANNY ESTHER CARABALLO LAZA

DIRECTORA

JENNIFER LAFONT MENDOZA, PhD

**UNIVERSIDAD DE CÓRDOBA
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA
MAESTRÍA EN CIENCIAS QUÍMICAS**

MONTERÍA

2022

DEDICATORIA

Mil palabras no bastarían para agradecerle a Dios por su infinita bondad, amor y apoyo incondicional, por el cual sin él no hubiera sido posible este logro....

A mi madre Carmen Laza, por ser un ejemplo, el pilar más importante de mi vida y por demostrarme siempre su cariño y amor, gracias por hacer de mí una mejor persona con sus consejos y enseñanzas. A mi padre Alfredo Caraballo, por darme el valor y fuerza para seguir adelante.

A mi hermana María José por ser un orgullo más en mi vida, por estar siempre conmigo y estar dispuesta a ayudarme en cualquier momento.

A mi compañero de vida Cesar Muñoz por apoyarme y compartir esos momentos de angustia a mi lado.

A todas las personas que siempre estuvieron conmigo apoyándome para que pueda alcanzar esta meta tan importante en mi vida.

AGRADECIMIENTOS

A la profesora JENNIFER LAFONT MENDOZA por su tiempo, apoyo, orientación, dirección, colaboración y sabiduría que me transmitió en el desarrollo de mi formación como profesional.

Al grupo de Físicoquímica Orgánica en la línea de Biocombustibles por creer en mí, apoyándome financieramente, prestándome sus instalaciones, materiales y reactivos para realizar esta investigación.

A mi amiga Diana Ramírez por demostrarme que aún existe la verdadera amistad y porque siempre has estado cuando más lo necesite.

A Andrea Espitia y Javier Martínez por colaborar en nuestra formación profesional y realización de este trabajo, siendo unos excelentes orientadores.

CONTENIDO

	Pág.
INTRODUCCIÓN	15
RESUMEN	16
1.0 OBJETIVOS	17
1.1 OBJETIVO GENERAL	17
1.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS	17
2.0 ANTECEDENTES	18
3.0 MARCO TEÓRICO	20
3.1 GENERALIDADES DE <i>Samanea saman</i>	20
3.1.1 TAXONOMÍA	20
3.1.2 DESCRIPCIÓN	20
3.2 GENERALIDADES DE <i>Quercus robur</i>	21
3.2.1 TAXONOMÍA	21
3.2.2 DESCRIPCIÓN	21
3.3 GENERALIDADES DE <i>Tectona grandis</i>	22
3.3.1 TAXONOMÍA	22
3.3.2 DESCRIPCIÓN	23
3.4 BIOMASA COMO FUENTE DE ENERGÍA	23
3.5 EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE SEMILLAS OLEAGINOSAS	24
3.5.1 REFINACIÓN DE LOS ACEITES	27
3.6 ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO DE LOS ACEITES DE SEMILLAS DE <i>Samanea saman, Quercus robur, Tectona grandis</i>	29
3.6.1 HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL	29
3.6.2 CORROSIÓN A LA LÁMINA DE COBRE	29
3.6.3 ÍNDICE DE ACIDEZ (IA)	30
3.6.4 ÍNDICE DE YODO (IY)	31
3.6.5 ÍNDICE DE PERÓXIDO (IP)	32

3.7	CARACTERIZACIÓN CROMATOGRÁFICA DEL ACEITE DE LAS SEMILLAS DE: <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> , <i>Tectona grandis</i>	33
3.7.1	CROMATOGRAFÍA DE GASES	33
3.7.2	CROMATOGRAFÍA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS (GC-MS)	34
4.0	SECCIÓN EXPERIMENTAL	35
4.1	OBTENCIÓN DE LAS MATERIAS PRIMAS: <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> , <i>Tectona grandis</i>	35
4.1.1	PRE-TRATAMIENTO DE LAS SEMILLAS	35
4.2	EXTRACCIÓN DE LOS ACEITES	36
4.2.1	PRETRATAMIENTO DE LOS ACEITES	37
4.2.3	DESGOMADO	37
4.3	ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LOS ACEITES: <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> , <i>Tectona grandis</i>	38
4.3.1	HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL	39
4.3.2	CORROSIÓN DE LA LÁMINA DE COBRE	39
4.3.3	ÍNDICE DE ACIDEZ	40
4.3.4	ÍNDICE DE PEROXIDO	41
4.3.5	ÍNDICE DE YODO (MÉTODO DE HANUS)	42
4.4	COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS ACEITES EN ESTUDIO	65
4.5	ANÁLISIS BROMATOLÓGICO DE LAS HARINAS DE LAS SEMILLAS: <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	71
4.5.1	HUMEDAD	72
4.5.2	CENIZAS	74
4.5.3	PROTEÍNAS	76
4.5.4	GRASA CRUDA	78
4.5.5	FIBRA	80
4.5.6	CARBOHIDRATOS	81
4.6	PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS DE LAS MADERAS DE <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	82
4.6.1	OBTENCIÓN DE EXTRACTIVOS	83

4.6.2	CENIZAS	85
4.6.3	HOLOCELULOSA	86
4.6.4	LIGNINA	87
4.6.5	α -CELULOSA	89
4.6.6	CONTENIDO DE HEMICELULOSAS	90
5.0	ANÁLISIS Y RESULTADOS	91
6.0	CONCLUSIONES	106
7.0	RECOMENDACIONES	108
8.0	BIBLIOGRAFÍA	109
		111

LISTA DE TABLAS

		Pág.
Tabla 1	Clasificación taxonómica de <i>Samanea saman</i>	20
Tabla 2	Clasificación taxonómica de <i>Quercus robur</i>	21
Tabla 3	Clasificación taxonómica de <i>Tectona grandis</i>	22
Tabla 4	Principales propiedades de residuos forestales como biocombustibles DIN 51731	24
Tabla 5	Extracción del aceite por el método solvente de <i>Samanea saman</i>	51
Tabla 6	Extracción de aceite por el método solvente de <i>Quercus robur</i>	52
Tabla 7	Extracción de aceite por el método solvente de <i>Tectona grandis</i>	53
Tabla 8	Porcentaje de humedad del aceite de <i>Samanea saman</i> obtenido por el método de extracción por solvente	54
Tabla 9	Porcentaje de humedad del aceite de <i>Quercus robur</i> obtenido por el método de extracción por solvente	55
Tabla 10	Porcentaje de humedad del aceite de <i>Tectona grandis</i> obtenido por el método de extracción por solvente	56
Tabla 11	Corrosión en láminas de cobre de los aceites en estudio	57
Tabla 12	Índice de acidez del aceite de <i>Samanea saman</i>	58
Tabla 13	Índice de acidez del aceite de <i>Quercus robur</i>	58
Tabla 14	Índice de acidez del aceite de <i>Tectona grandis</i>	59
Tabla 15	Índice de yodo del aceite de <i>Samanea saman</i> , obtenido por el método solvente	60
Tabla 16	Índice de yodo del aceite de <i>Quercus robur</i> obtenido por el método solvente	61
Tabla 17	Índice de yodo del aceite de <i>Tectona grandis</i> obtenido por el método solvente	62
Tabla 18	Índice de peróxido de los aceites de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Samanea saman</i> .	62

Tabla 19	Propiedades fisicoquímicas de los aceites de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	62
Tabla 20	Composición química del perfil de ácidos grasos de los aceites de <i>Samanea saman</i>	65
Tabla 21	Fragmentaciones características del Ácido Oleico	67
Tabla 22	Fragmentaciones características del Ácido Linoleico	68
Tabla 23	Fragmentaciones características del Ácido Palmítico	69
Tabla 24	Fragmentaciones características del Ácido Estearico	69
Tabla 25	Fragmentaciones características del Ácido Araquidico	70
Tabla 26	Fragmentaciones características del Ácido Behénico	71
Tabla 27	Fragmentaciones características del Ácido Cis – 11- eicosanoico	72
Tabla 21	Composición química del perfil de ácidos grasos de los aceites de <i>Quercus robur</i>	73
Tabla 22	Fragmentaciones características del Ácido Mirístico	75
Tabla 23	Fragmentaciones características del Ácido Heptadecanoico	76
Tabla 24	Composición química del perfil de ácidos grasos de los aceites de <i>Tectona grandis</i>	77
Tabla 25	Resumen de la Composición química del perfil de ácidos grasos de los aceites de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	79
Tabla 26	Contenido de Humedad de la harina residual de <i>Samanea saman</i>	81
Tabla 27	Contenido de Humedad de la harina residual de las semillas de <i>Quercus robur</i>	82
Tabla 28	Contenido de Humedad de la harina residual de las semillas de <i>Tectona grandis</i>	83
Tabla 29	Contenido de cenizas de la harina residual por solvente de <i>Samanea saman</i>	84
Tabla 30	Contenido de cenizas de la harina residual por solvente de <i>Quercus robur</i>	85

Tabla 31	Contenido de cenizas de la harina residual por solvente de <i>Quercus robur</i>	85
Tabla 32	Contenido de proteínas de la harina residual por solvente de <i>Samanea saman</i>	86
Tabla 33	Contenido de proteínas de la harina residual por solvente de <i>Quercus robur</i>	87
Tabla 34	Contenido de proteínas de la harina residual por solvente de <i>Tectona grandis</i>	88
Tabla 35	Contenido de grasa cruda de la torta residual por solvente de <i>Samanea saman</i>	89
Tabla 36	Contenido de grasa cruda de la torta residual por solvente de <i>Quercus robur</i>	89
Tabla 37	Contenido de fibra de la harina residual por solvente de <i>Samanea saman</i>	90
Tabla 38	Contenido de fibra de la harina residual por solvente de <i>Quercus robur</i>	91
Tabla 39	Contenido de fibra de la harina residual por solvente de <i>Tectona grandis</i>	92
Tabla 40	Contiene los resultados obtenidos del contenido de carbohidratos para las semillas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	93
Tabla 41	Resumen de los análisis bromatológico de las harinas residuales de las semillas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	95
Tabla 42	Contenido de humedad en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	96
Tabla 43	Contenido de cenizas de las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	97

Tabla 44	Contenido de extractivos en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	98
Tabla 45	Contenido de lignina en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	99
Tabla 46	Contenido de celulosa en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	100
Tabla 47	Contenido de holocelulosa en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	101
Tabla 48	Contenido de Hemicelulosa en las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	102
Tabla 49	Resumen de los análisis fisicoquímicos realizados a las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	103

LISTA DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1. Árbol, semillas y madera de <i>Samanea saman</i>	21
Figura 2. Árbol, semillas y madera de <i>Quercus robur</i>	22
Figura 3. Árbol, semillas y madera de <i>Tectona grandis</i>	23
Figura 4. Lámina de cobre estándar	30
Figura 5. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de <i>Samanea saman</i> .	35
Figura 6. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de <i>Quercus robur</i>	36
Figura 7. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de <i>Tectona grandis</i>	36
Figura 8. Extracción de los aceites por método de solvente de las semillas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	37
Figura 9. Pretratamiento de los aceites A) desgomado, B) centrifugado y C) aceites crudos de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	37
Figura 10. Contenido de humedad de los aceites A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	38
Figura 11. Corrosión en lámina de cobre de los aceites de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	39
Figura 12. Índice de acidez de los aceites de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	40
Figura 13. Índice de peróxidos de los aceites de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	41
Figura 14. Índice de yodo de los aceites de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	42
Figura 15. Contenido de humedad de las harinas residuales de las semillas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	43
Figura 16. Contenido de cenizas de las harinas residuales de las semillas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	43
Figura 17. Contenido de proteínas de las harinas residuales de las semillas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	44

Figura 18.	Contenido de grasa de las harinas residuales de las semillas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	45
Figura 19.	Contenido de fibra de las harinas residuales de las semillas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	46
Figura 20.	Contenido de extractivo de las maderas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	47
Figura 21.	Contenido de cenizas de las maderas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	48
Figura 22.	Contenido de lignina de las maderas de A) <i>Samanea saman</i> , B) <i>Quercus robur</i> y C) <i>Tectona grandis</i>	49
Figura 23.	Contenido de alfa celulosa de las maderas de <i>Samanea saman</i> , <i>Quercus robur</i> y <i>Tectona grandis</i>	50
Figura 24.	Cromatograma de la composición química del <i>Samanea saman</i>	
Figura 25.	Espectro de masas del Ácido Oleico	
Figura 26.	Espectro de masas del Ácido linoleico	
Figura 27.	Espectro de masas del palmítico	
Figura 28.	Espectro de masas del Ácido esteárico	
Figura 29.	Espectro de masas del Ácido Araquidico	
Figura 30.	Espectro de masas del Ácido Behénico	
Figura 31.	Espectro de masas del Ácido Cis – 11- eicosanoico	
Figura 32.	Cromatograma de la composición química del <i>Quercus robur</i>	
Figura 33.	Espectro de masas del Ácido Mirístico	
Figura 34.	Espectro de masas del Ácido Heptadecanoico	

LISTA DE SIMBOLOS

m	Metros
msnm	Metros sobre el nivel del mar
cm	Centímetros
µg	Microgramos
mg	Miligramos
Kg	Kilogramos
g	Gramos
°C	Grados Celsius
ppm	Partes por millón
N	Normalidad
V	Volumen
meq	Miliequivalentes
L	Litros
mL	Mililitros
°C	Grados Celsius
ANDI	Asociación Nacional Industriales
PM	Peso molecular
IA	Índice de acidez
IP	Índice de peróxido
IY	Índice de yodo

RESUMEN

El propósito de esta investigación fue evaluar la composición química de la madera, aceite y harina de semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, mediante análisis químicos, en la búsqueda de aplicaciones potenciales. La madera y semillas fueron recolectadas, secadas y trituradas; a la madera se le analizó: humedad, extractivos, cenizas, lignina, celulosa y holocelulosa; a las semillas se le extrajo el aceite por el método de solvente, se determinaron propiedades fisicoquímicas y perfil de ácidos grasos, mediante técnicas cromatográficas; a la harina se le realizó análisis proximal. Se encontró, la madera con baja humedad y alta celulosa, lignina, holocelulosa, hemicelulosa; un aceite estable a la oxidación, poco corrosivo, no secantes, alto en ácidos grasos insaturados destacándose el linoléico (ω -6) y oleico (ω -9); la harina es alta en proteína, fibra y carbohidratos. Acorde con los resultados, se proponen diversos usos para este árbol, en la industria farmacológica, alimenticia y producción de papel, principalmente.

Palabras clave: Samanea saman; Quercus robur; Tectona grandis; madera; aceite; harina; propiedades fisicoquímicas

INTRODUCCIÓN

Colombia es un país que posee una gran biodiversidad, y por lo cual tiene una gran potencial en el desarrollo de nuevos conocimientos sobre su flora, variedades locales y nativas de cultivos tradicionales, entre otros que hasta el momento han sido poco explorados; esto limita el uso óptimo y eficiente de los mismos. Por esta razón, decidir sobre las mejores formas de utilización de estos recursos, con lleva a que el país continúe invirtiendo en ciencia, tecnología e innovación buscando con esto identificar las características de diferentes especies de plantas, flores y semillas que aún no han sido estudiadas con fin de proponer una aplicabilidad que ayude a mejorar la calidad de vida de la sociedad (Montcho *et al.*, 2018).

En este sentido, se encuentran estas tres especies vegetales: *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, son de rápido crecimiento, sus troncos pueden llegar a medir más de 40 metros de altura, los arboles de *Samanea saman* y *Quercus robur*, tienen la misma época del año para cosechar sus frutos que va desde el mes de febrero hasta el mes de Mayo, mientras que el árbol de *Tectona grandis* provee frutos durante casi todo el año.

Debido a que el mayor uso de estos árboles es la elaboración de tableros contrachapados, molduras, embalaje para peso liviano, cajas y material aislante, no se tiene mucha información sobre trabajos realizados con las semillas y biomasas de estas especies, entre algunas de las pocas investigaciones encontradas se tienen; que el aceite extraído de las semillas de *Tectona grandis* es usado como antibiótico debido a la actividad antimicrobiana que presenta el extracto (Calderón y Zurita, 2019). Por otro lado, este árbol es usado recientemente en la fitorremediación de suelos contaminados con petróleo en zonas de exploración con presencia de este crudo. (Agbogidi *et al.*, 2006).

El árbol de *Samanea saman* presenta varios antecedentes en el ámbito medicinal, se considera una planta con actividad antimicrobiana y los compuestos secundarios presentes en ella se pudieran usar con fines terapéuticos. Los extractos acuosos de la planta demostraron actividad inhibitoria de *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* y *Candida albican*. Se reportan también varios remedios caseros preparados a partir de varias partes de este árbol; por ejemplo, la corteza hervida se aplica como una cataplasma para curar el estreñimiento;

en las Filipinas, se usa una cocción de la corteza interna y hojas frescas para la diarrea; en Venezuela, las raíces se preparan en un té caliente para el cáncer de estómago; en las Indias Occidentales, las semillas se mastican para el dolor de garganta (Staples, & Elevitch, 2006; Palma, *et al.*, 2018).

No obstante, para el árbol de *Quercus robur* tampoco hay muchas investigaciones basadas en el aceite extraído de las semillas y menos de la madera, se tienen estudios como: Las semillas son ricas en varios nutrientes y se utilizan en una variedad de platos tradicionales (Bainbridge, 1986) que incluyen tofu y fideos fríos. Las semillas también tienen compuestos fenólicos y actividad antioxidante (Rakic *et al.*, 2007). Además, (Rakic *et al.*, 2006) evaluó los efectos del tratamiento térmico en la característica física y nutritiva de *Q. robur*. Otros estudios informan que las semillas de *Quercus robur* son buenas fuentes de ácidos grasos insaturados. Sin embargo, la composición química de semillas varía según la especie y el origen (Galván *et al.*, 2012), estas semillas se cosechan principalmente para consumo humano y alimentación del ganado.

De acuerdo con lo anterior, evidenciando que hay pocas investigaciones sobre los posibles usos de estas tres especies vegetales: *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, surgió la idea de realizar el estudio químico del aceite extraído de las semillas, el análisis bromatológico de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, y análisis fisicoquímicos de sus maderas, con el fin de buscar una posible aplicabilidad a las semillas y biomasa, para que pueda ser comercializado dándole un valor agregado al árbol y proponer una alternativa de ingresos para la región con aprovechamiento de este recurso natural.

Se espera que la realización de este trabajo sirva para consulta de nuevas investigaciones en las diferentes áreas de la química, encaminadas a la comercialización de las semillas y biomasa de estas especies: *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, aprovechando la productividad de la planta y el desarrollo que se ha venido realizando en esta línea de investigación.

1. OBJETIVOS

1.1 OBJETIVO GENERAL

Realizar el análisis fisicoquímico del aceite y madera de las especies *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, siguiendo las metodologías de NTC y TAPPI, para la determinación de su aplicabilidad.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Extraer el aceite de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis* mediante el método de extracción por solvente.
- Realizar análisis fisicoquímicos a los tres aceites en estudio siguiendo la metodología de la Norma Técnica Colombiana (NTC).
- Identificar la composición química de los aceites *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis* mediante GC-MS y /o HPLC.
- Realizar los análisis bromatológicos a las harinas residuales de la extracción de aceites de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.
- Evaluar algunas propiedades fisicoquímicas de la madera de las tres materias primas en estudio siguiendo la metodología TAPPI.

2. ANTECEDENTES

Colombia posee una gran variedad de ecosistemas distribuidos en todas sus regiones, como en el caso del departamento de Córdoba que se ubica al noroccidente de Colombia, rico en biodiversidad y de clima tropical como selvas, bosques montañosos y sabanas.

El árbol de *Samanea saman* es aprovechado por los gremios ganaderos como árbol de sombra por sus grandes proporciones, así mismo las legumbres largas y negras son muy apreciadas para forraje; las vainas son un importante suplemento para el ganado durante la estación seca y la madera es de alta calidad para muchos propósitos, también proporciona leña y carbón; sus hojas son relativamente no palatables por lo que no se usan como forraje a pesar de su elevado valor nutritivo y digestibilidad.

En la bibliografía (Chandra, *et al.*, 2021), se ha reportado la técnica de extracción por solvente asistida por soxhlet para extraer aceite de semillas de *Samanea saman* y optimización de los factores que afectan el proceso de extracción llevada a cabo mediante la técnica de Metodología de Superficie de Respuesta (RSM), y un Diseño Box-Behnken (BBD) que consta de tres variables de proceso que desarrollaron para optimizar el rendimiento del aceite.

Se han reportado estudios realizados a la composición química de las maderas de cuatro géneros de *Quercus* (Bautista & Honorato, 2005) como: *Quercus coccolobifolia*, *Quercus durifolia*, *Quercus rugosa* y *Quercus oleoides*, determinaron los contenidos de celulosa, pentosanos, lignina, extractos de etanol-benceno, ceniza y taninos en muestras de albura, duramen y mezcla de albura-duramen de cada especie; sin embargo para el *Quercus robur* no se ha encontrado estudios relacionados.

Otro estudio realizado (Songnan *et al.*, 2015) al género *Quercus glandulifera* Bl fue enfocado hacia la composición química del aceite, análisis proximal de las semillas y las características del almidón de bellota (semillas); sin embargo para el *Quercus robur* no se ha encontrado estudios relacionados.

Diversos estudios han surgido en la investigación del árbol de *Tectona grandis* (Sarin *et al.*, 2017) entre ellos se encontró un artículo titulado “Prospects of *Tectona grandis* as a Feedstock for Biodiesel”, donde realizan el estudio de la semilla de la teca como materia prima para la obtención de biocombustibles en el que arrojó como resultado un rendimiento de biodiesel del 89%, por lo cual recomiendan a las semillas de teca para la producción comercial de biodiesel, cabe destacar que aún se necesita más estudios para desarrollar una producción a gran escala comercial.

Otro estudio (Dialo *et al.*, 2008) estuvo orientado al extracto de la *Tectona grandis* que inhibe la anemia inducida por fenilhidrazina, modelo de anemia similar a la inducida por parásitos como *Plasmodium falciparum*; de acuerdo a sus resultados, la *Tectona grandis* puede ser utilizada para el tratamiento de la anemia.

Las semillas de *Tectona grandis* son tradicionalmente perseguidas para ser usadas como tónicos capilares en el sistema de medicina en la India; estas semillas se han recomendado como promotor del crecimiento del cabello; desde tiempos remotos las tribus han utilizado el aceite graso de las semillas de la planta para prevenir la pérdida prematura del cabello (Oudhia , 2001).

3. MARCO TEORICO

En este estudio la mira esta puesta en demostrar que las semillas y la biomasa de los árboles de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis* , son una buena fuente para la producción de biodiesel, como una alternativa renovable y amigable con el planeta, debido a esto, es necesario conocer algunos conceptos que nos ayudaran a entender un poco esta investigación, además, será apropiado plantear algunos parámetros que sirvan para apoyar la idea central, Evaluación fisicoquímica del aceite y maderas de tres especies vegetales *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, mediante técnicas espectroscópicas y fisicoquímicas que determinan su posible uso potencial en la industria. Para comenzar conoceremos las generalidades de estos árboles.

3.1 GENERALIDADES DE *Samanea saman*

3.1.1 TAXONOMÍA

En la tabla 1 se describe la clasificación taxonómica del árbol en estudio.

Tabla 1. Clasificación taxonómica de la *Samanea saman*

CLASE	Magnoliopsida
SUBCLASE	Magnoliidae
SUPERORDEN	Rosanae
ORDEN	Fabales
FAMILIA	Fabaceae
GENERO	<i>Samanea</i>

3.1.2 DESCRIPCIÓN

El árbol de *Samanea saman*, es un miembro de la familia de las Fabaceae, es un árbol alto, que generalmente alcanza una altura de 15 a 25 m, nativo de la América tropical. Es un árbol

indio grande y es conocido por varios nombres en diferentes partes de la India. El árbol maduro produce un promedio de 200 a 250 kg de vainas por árbol por temporada. Las semillas son gordas elipsoidales, de 8 a 11,5 mm de largo, 5 a 7,5 mm de ancho, ligeramente aplanadas de lado a lado, de color marrón oscuro brillante con una terminación amarillenta en forma de U angosta en los lados suavizados. Hay de 15 a 20 semillas por cada vaina, y un kilogramo tiene un promedio de 4000 a 6000 semillas (Delgado *et al.*, 2014). La madera de este árbol muestra un duramen de color café claro u oscuro, mientras que la albura es de color amarillo pálido. El peso específico de la madera es 0,48, es una madera medianamente pesada, esta madera es además semiresistente al ataque de hongos y termitas (Morales & Varón, 2006).



Figura 1. A) Árbol, B) Semillas C) Madera de *Samanea saman*

3.2. GENERALIDADES DE *Quercus robur*

3.2.1 TAXONOMÍA

En la tabla 2 se describe la clasificación taxonómica del árbol en estudio.

Tabla 2. Clasificación taxonómica de *Quercus robur*

CLASE	Magnoliophyta
SUBCLASE	Magnoliopsida
SUPERORDEN	Plantae
ORDEN	Fabales
FAMILIA	Fabaceae
GENERO	<i>Quercus</i>

3.2.2. DESCRIPCIÓN

Es una especie de árbol de gran porte y lento crecimiento muy presente en todo el continente europeo. Los ejemplares adultos de *Quercus robur* pueden alcanzar los 40 a 45 metros de altura, con poderosos troncos que suelen ser aún más fuertes en ejemplares situados en zonas de menor densidad de vegetación. Las hojas suelen surgir cuando superado el invierno empiezan a elevarse las temperaturas, teniendo una forma elíptica, con numerosos salientes laterales, de un tono verde claro en su nacimiento, luego se tornan de verde oscuro cuando han madurado totalmente. El roble común presenta dos tipos de flores, las masculinas dispuestas en largos racimos colgantes de tonos verdes claros, y las femeninas que se encuentran en conjuntos de dos o tres, de tono blanco. La madera de roble es una de madera con una densidad de 710 kg/m^3 , considerada como pesada o semipesada con fibra recta y de grano grueso. Su tonalidad varía del marrón-amarillo a tonos más claros en función de si se trata de duramen o de albura.



Figura 2. A) Árbol, B) semillas y C) Madera de *Quercus robur*

3.3. GENERALIDADES DE *Tectona grandis*

3.3.1 TAXONOMÍA

En la tabla 3 se describe la clasificación taxonómica del árbol en estudio.

Tabla 3. Clasificación taxonómica de *Tectona grandis*

CLASE	Magnoliopsida
SUBCLASE	Magnoliophyta
SUPERORDEN	Plantae
ORDEN	Lamiales
FAMILIA	Verbenaceae
GENERO	<i>Tectona</i>

3.3.2. DESCRIPCIÓN

La teca o *Tectona grandis* es un árbol caducifolio, de tipo deciduo, es decir, que pierde parte de su follaje en determinada época del año, puede llegar a medir 50 metros de altura, aunque sus primeras ramas comienzan a aparecer cuando alcanza los 25 metros. Tiene un tronco recto, con una base de 2 metros y medio, En la parte superior mide unos 85 centímetros de diámetro.

El tronco del *Tectona grandis* tiene una corteza blanda y ramas tetragonales o de cuatro ángulos. Sus hojas son amplias, miden entre 25 y 35 centímetros de largo. No obstante, cuando el árbol aún es joven, las hojas pueden notarse de mayor tamaño, De color verde intenso por el haz y marrones por el envés, Su textura es afelpada por ambos lados, y tienen una forma ovalada-lanceolada. Las flores del *Tectona grandis* son bisexuales, de un lindo tono lila y crecen en racimos terminales, con un fruto redondeado que adentro tiene una semilla recubierta por una capa dura como un hueso. La madera que se obtiene del *Tectona grandis* goza de muy buena reputación por su calidad y densidad, es pesada, resistente y de

alta durabilidad, aunque un poco aceitosa cuando se toca; Esta madera es blanquecina, con un centro amarillento; es de fibra recta, aunque en algunos casos puede ser ondulada, sobre todo las que provienen de la India, Cuando está recién cortada huele a cuero viejo, pero este aroma desaparece a medida que se va secando (Mahecha, Ovalle, Camelo, Rozo & Barrero, 2012).



Figura 3. A) Árbol, B) Semillas y C) Madera de *Tectona grandis*

3.4. BIOMASA COMO FUENTE DE ENERGÍA

Según Jiménez (1991), el término biomasa comprende a las materias hidrocarbonadas, no fósiles en las que mediante el proceso básico de la fotosíntesis se ha producido la reducción y fijación de CO₂. Las plantas almacenan energía en forma de carbohidratos (azúcares), lignina y celulosa. Durante la fotosíntesis las plantas usan la luz solar para combinar dióxido de carbono del aire y agua del suelo para formar carbohidratos los cuales son la estructura base de la biomasa; la madera y corteza están formadas químicamente por polisacáridos y lignina, además de sustancias inorgánicas (Fengel & Wegener, 1983), Aun cuando las cantidades de los componentes varían entre especies, los componentes químicos mayoritarios son los carbohidratos y lignina y, en pequeñas cantidades los extractivos.

3.4.1. RESIDUOS FORESTALES

Las fuentes más importantes de biomasa son los campos forestales y agrícolas pues en ellos se producen residuos que normalmente son dejados en el campo (Camps & Martín, 2008). Los residuos forestales, procedentes de actividades silvícolas y/o industrias forestales lo constituyen las ramas, tocones (cuando no son utilizados debido a razones económicas), corteza, astillas y aserrín. Estos residuos, no están generalmente concentrados y ofrecen unas características heterogéneas muy variables de unos sistemas a otros al depender de condiciones no controladas como el clima, edafología y tipo de aprovechamiento. Por tanto, la utilización de estos residuos encarece las operaciones de obtención y abastecimiento, teniendo además que homogeneizar el material utilizable (Askew & Holmes, 2002; Andersen *et al.*, 2005). Esta concepción requiere realizar una valoración de la biomasa forestal existente que permita una adecuada utilización como fuente de energía.

3.4.2. PROPIEDADES DE LA BIOMASA

Forestal con fines bioenergéticos, las fuentes y productos energéticos se pueden medir por su masa o peso, o incluso su volumen, pero el factor esencial es el contenido de energía de esas fuentes y productos. El valor de la energía se evalúa con respecto a parámetros energéticos, utilizando siempre unidades normalizadas (FAO, 1997). La estandarización de los biocombustibles está regulada por el conjunto de normas europeas CEN/TE 335, por la que se regulan terminología, descripción y especificaciones. La eficiencia de cada uno de los procesos posibles para la utilización de residuos forestales depende de ciertos parámetros característicos o propiedades clave que indican la aptitud de un combustible para un uso específico. Estas propiedades se indican en la Tabla 4 junto con sus medidas en el Sistema Internacional.

Tabla 4. Principales propiedades de residuos forestales como biocombustibles DIN 51731

Propiedad de la biomasa	Unidad (S.I)	Requerimiento
Densidad	Kg m ³	1-1.4
Humedad	%	≤12
Cenizas	%	≤1.5
Poder calorífico	J g ⁻¹	≥18.000

S	%	≤0.08
N	%	≤0.3
Cl	%	≤0.03

3.4.3. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LA MADERA

La madera es un biopolímero tridimensional cuya composición química general está formada por compuestos esenciales o primarios: holocelulosa (celulosa y hemicelulosa) y lignina y compuestos extraños o secundarios: extractos (en agua, en solventes, volatilizados en vapor) y no extraíbles (compuestos inorgánicos, proteínas y sustancias pépticas). La celulosa está formada por celobiosa, es blanca, inodora e insípida y es la materia prima principal para la fabricación de pastas de disolución y paneles para construcción.

Las hemicelulosas son carbohidratos no celulósicos de bajo peso molecular que ayudan en los procesos de refinación de fibras debido a que son moléculas más reactivas y se hidratan más fácilmente (Gutiérrez *et al.*, 1998). La lignina es un polímero natural cuyas unidades estructurales se derivan del fenilpropano; es subproducto de los pulpeos químicos de la madera y se utiliza a nivel industrial en la producción de poliuretano. Los extractos son compuestos solubles en diferentes solventes, como ejemplo, en alcohol benceno se solubilizan ceras, grasas y resinas; en agua fría, taninos, gomas, azúcares, materiales colorantes y en agua caliente los almidones. Pueden clasificarse en ácidos volátiles, aceites 10 esenciales, ácidos resinosos y polifenoles.

La composición química posee una fuerte influencia en el poder calorífico, sobre todo la presencia de lignina y los extractivos totales como resinas, taninos, grasas y aceites (Cunha *et al.*, 1989). Es importante conocer la composición química elemental del material ya que esta condiciona su poder calorífico, los gases emitidos en la combustión y la composición de las cenizas. Lo ideal es conocer los porcentajes de la madera y corteza, así como la humedad a la que se manipulan estos productos. (Doat, 1977), encontró para la lignina aislada en ácido sulfúrico un poder calorífico de 25,498 J g⁻¹ en maderas resinosas. En general, la madera en

base a su peso, está compuesta de 20-40% de lignina, 30-50 % de celulosa, 9-28 % de pentosanas y 0.2-20 % de extractivos, presentándose diferencias cuantitativas entre coníferas y latifoliadas.

Diversos estudios reportan información general sobre propiedades químicas de la madera y algunas posibles aplicaciones de su transformación química. (Rutiaga, 2001), en un análisis químico en albura y duramen de *P. pseudostrobus*, encontró un contenido de extraíbles totales de 13.2 % en duramen y 4.4 % en albura; polisacáridos 67.2 % en duramen, 67% en albura; lignina 27.6 % en duramen y 26 % en albura; cenizas 0.08 % en duramen y 16 % en albura.

Las maderas ricas en extractivos y lignina tienen mayor poder calorífico. Los compuestos extraíbles cubren una amplia variedad de compuestos de bajo peso molecular que pueden ser aislados de los materiales lignocelulósicos mediante extracciones con solventes orgánicos polares y no polares (Hillis 1962; Fengel y Wegener 1989; Swan, 1989; Sjöström 1993). La cantidad y la composición de los compuestos extraíbles varían según la especie considerada, la parte de la planta, época del año. Sin embargo, (Fonseca, 2006), encontró que la concentración de celulosa, lignina, sustancias extraíbles, taninos, cenizas y contenido de humedad en *Pinus maximinoi* no varía significativamente en función de la altura en que se extrae la muestra. Lo que indica que en cualquier parte del árbol se pueden encontrar en una cantidad similar.

Según (Jara, 1989), el poder calorífico superior de la madera, además de la humedad, está muy influenciado por la constitución química de la madera, principalmente la lignina y extraíbles. De esta manera, las coníferas que presentan un contenido de resinas y lignina mayor que las latifoliadas ostentan por consiguiente un mayor poder calorífico superior, que varía también según la parte del árbol que esté en combustión. (Browning, 1963), citado por (Cunha *et al.*, 1989), asegura que el poder calorífico es más alto cuando mayor es el tenor de lignina y extraíbles, porque contienen menos oxígeno que los polisacáridos presentes en la holocelulosa (celulosa y hemicelulosa).

La densidad de la madera, es decir, el peso por unidad de volumen, varía ampliamente entre diferentes especies y tipos de madera. La densidad básica es uno de los parámetros para evaluar la calidad de la madera, que está directamente relacionada con las propiedades físicas,

mecánicas y anatómicas, pudiendo así, caracterizar el uso final de la madera (Kollmann, 1959). Es importante observar la influencia del contenido de humedad en la densidad de la madera. Cuanto mayor sea el agua por unidad de peso menor será la 12 cantidad de leña. Por ello, es imperativo precisar con exactitud del contenido de humedad al establecer el peso de la madera. Para un porcentaje de humedad igual, un volumen dado de madera densa tiene un poder calorífico más elevado que una madera más liviana. Por el contrario, si no se considera las sustancias extraíbles que puedan estar presentes, un peso dado de madera a determinado contenido de humedad, dará más o menos la misma cantidad de calor en una madera densa o liviana. La diferencia es que las maderas duras se queman más lentamente (Doat, 1977).

Según (Cunha *et al.*, 1989), no hay correlación entre densidad básica y el poder calorífico. Sin embargo, en relación al volumen de madera que se quema la densidad se relaciona positivamente con el contenido calórico de la madera, estimulando el interés de maderas pesadas para la quema.

El objetivo principal de los procesos de transformación de la materia prima a biocombustibles es obtener un producto final de mayor densidad que el producto inicial. Al tener mayor densidad el producto se transportara ocupando menos volumen (a igualdad de peso) y por lo tanto será más sencilla su manipulación. Otro factor importante del contenido de energía del biocombustible es el contenido de cenizas, que se mide siempre con referencia al producto en seco y se refiere al residuo sólido que persiste tras una combustión total. Si bien el contenido de ceniza de la leña es generalmente del 1%, algunos combustibles de origen agrícola pueden tener un contenido de ceniza muy elevado. Esto influye en el valor energético de los biocombustibles, dado que las sustancias que forman las cenizas no tienen, por lo general, valor energético (FAO, 1997).

La importancia de evaluar la concentración de las propiedades físicas y composición química de la madera y corteza de diferentes especies forestales contribuye en el conocimiento de cuáles pueden ser las fuentes más importantes de esos compuestos. El conocimiento de los patrones de variación dentro de especies hace posible lograr el mayor y mejor aprovechamiento de estos recursos.

3.5. EXTRACCIÓN DEL ACEITE DE SEMILLAS OLEAGINOSAS

Son vegetales de cuya semilla o fruto puede extraerse aceite, en algunos casos pueden ser comestibles o puede utilizarse en procesos industrial. Estas deben estar limpiadas y descascaradas previamente; después son molidas antes de la extracción de su aceite por cualquiera de los dos métodos: Extracción mecánica y extracción con disolventes.

3.5.1 EXTRACCIÓN MECÁNICA O POR PENSADO

Consiste en la separación de los líquidos contenidos en productos sólidos mediante la aplicación de fuerzas de compresión, de modo que las gotas de aceite desgarran y rompen las paredes de las células y salen al exterior (Umarí, Chávez, & Laura, 2002).

3.5.2. EXTRACCIÓN POR DISOLVENTE

En la extracción por disolvente conocida como sólido-líquido, el soluto contenido en fase sólida se separa por contacto con el disolvente líquido (Umarí *et al.*, 2002).

3.5.3. REFINACIÓN DE LOS ACEITES

Muchos aceites son refinados antes de ser utilizados en la industria excepto el aceite de oliva que puede ser consumido en estado crudo o "virgen", ya que aporta 9 calorías por gramos, su composición química es alta en ácidos grasos mono insaturados, especialmente el ácido oleico en un 70%, además contiene vitaminas E, A, D, F y K, esta composición química natural lo hace más sanos que otros aceites. El refinado de los aceites tiene como objetivo, hacer comestibles los aceites vírgenes no aptos por su acidez o por sus características organolépticas, asegurar la calidad de ellos, consistente con el color, la estabilidad y la durabilidad, también afecta el sabor y olor; en el proceso de refinado, un gran número de contaminantes o impurezas son eliminados. Este proceso comprende, pues, un conjunto de etapas en cada una de las cuales el aceite será sometido a una serie de operaciones unitarias (Gaviria Acosta, Benítez Benítez, lenis, & Hoyos Concha, 2015).

Las etapas del proceso de refinación son:

DESGOMADO: Es la etapa de refinación en la que se eliminan los fosfáticos o gomas que se forman fundamentalmente, además de algunos carbohidratos, proteínas, trazas de metales y otras impurezas.

SECADO: Con este paso se busca la eliminación de agua del aceite, proveniente de etapas anteriores o de su origen natural.

DECOLORACIÓN: El aceite se mezcla con tierras absorbentes (arcillas naturales absorbentes o activadas, o carbón activo) y el conjunto pasa a un filtro, donde se separa el aceite decolorado de la tierra. Esta etapa consiste principalmente, en la reducción de pigmentos (carotenos, clorofila, etc.), además de restos de fosfolípidos, jabones, trazas de metales y productos de oxidación.

REFINACIÓN FÍSICA O DESODORIZACIÓN: Es la etapa que caracteriza y diferencia este proceso del químico. Consiste en, además de retirar sustancias de mal sabor u olor, eliminar los ácidos grasos libres por destilación a vacío con arrastre de vapor y otros componentes volátiles para potencializar el gusto, sabor, olor y estabilidad a los aceites. Este subproducto se condensa y se destina a la fabricación de jabón, sin necesidad de tratamiento posterior.

WINTERIZACIÓN O DESCERADO: Consiste en un enfriamiento rápido del aceite (a unos 5 ° C), durante 24 h, para eliminar aquellos compuestos que cristalizan a bajas temperaturas, como son las ceras y triglicéridos de alto punto de fusión. Al retirar estos compuestos se evita que, en lugares de ambientes fríos, precipiten, lo que daría un aspecto turbio al aceite.

FILTRACIÓN: El aceite pasa por un filtro que retiene los cristales que se han formado durante la etapa de enfriamiento.

ALMACENAMIENTO: El producto terminado se almacena y de ahí pasa a la planta envasadora o se vende directamente a granel.

La operación de descascarado consiste en sacar y separar las semillas de su envoltorio; se descascará con la finalidad de exponer el germen más cotiledón al solvente, facilitando de esta manera la extracción del aceite.

3.6. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LOS ACEITES EXTRAIDOS DE LAS SEMILLAS DE *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*.

Es importante realizar una caracterización química al aceite obtenido para tener un claro conocimiento de la composición química de este. Entre los parámetros de caracterización se pueden mencionar los siguientes: Humedad, corrosión en lámina de cobre, índices de acidez, peróxidos y yodo entre otros.

3.6.1. HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL

Los métodos gravimétricos por volatilización o destilación tienen como fundamento la separación del analito del resto de los componentes de la muestra mediante un procedimiento que involucra la volatilización, evaporación o destilación de determinadas sustancias con la ayuda del calor. Finalmente se pesa con precisión el residuo no volatilizado (Montcho *et al.*, 2018). El componente a cuantificar (analito) puede ser el residuo que finalmente se pesa o puede ser el compuesto volatilizado. En el primer caso se habla de un método por volatilización directo (pues se pesa directamente el analito) y en el segundo estamos en presencia de un método por volatilización indirecto (puesto que la masa de analito se calcula por diferencia entre la muestra inicialmente pesada (matriz) y el residuo que queda luego de la volatilización (Montcho *et al.*, 2018). El agua, aunque inmisible con el aceite puede existir en forma de emulsión estabilizada por ciertos componentes. La humedad favorece la hidrólisis, sobre todo en aquellos aceites cuya acidez es muy elevada. Este parámetro mide la presencia de estos productos que deberían haber sido eliminados en una filtración y decantación adecuada (Montcho *et al.*, 2018).

3.6.2. CORROSIÓN A LA LÁMINA DE COBRE

Este procedimiento se utiliza para determinar la acción corrosiva de los diferentes aceites y combustibles sobre algunas de las partes de los sistemas de inyección fabricadas en cobre. Este método es medido mediante la técnica estándar ASTM que utiliza tabla de colores que permiten verificar el nivel de corrosión en un rango de 1A para el nivel menos corrosivo hasta 4C que es máximo nivel de corrosión, como se muestra en (Figura 4.) (Montcho *et al.*, 2018).

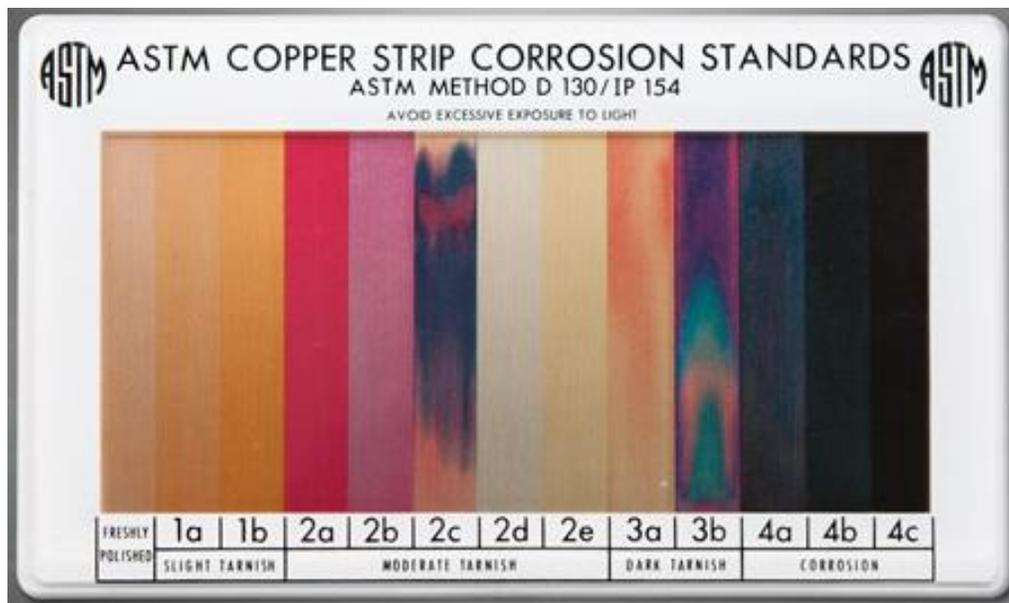


Figura 4. Lámina de cobre estándar

3.6.3. ÍNDICE DE ACIDEZ (IA)

Se entiende por índice de acidez los miligramos (mg) de NaOH necesarios para saturar los ácidos grasos libres contenidos en un gramo de muestra. El resultado de la titulación con álcali en presencia de fenolftaleína se puede expresar también como porcentaje de ácido oleico ($C_{18}H_{34}O_2$), este representa el deterioro hidrolítico al que ha sido sometido el aceite (Montcho *et al.*, 2018).

El grado de acidez es el porcentaje de los ácidos libres contenidos en el aceite y se determina según la Norma colombiana ICONTEC N.218. “Grasas y Aceites Comestibles. Método de determinación de Acidez.

Los aceites y grasas refinados deben tener un nivel de ácidos grasos libres inferior al 0.2% como ácido oleico para ser aptos para su uso en alimentación. Sin embargo, los aceites crudos

y los usados previamente en frituras, comúnmente tienen un contenido de ácidos grasos libres significativamente superior a éste (2%) o más (Montcho *et al.*, 2018).

3.6.4. ÍNDICE DE YODO (IY)

El yodo se adiciona a los enlaces dobles de los ácidos insaturados cuantitativamente bajo condiciones controladas, y se define como el número de gramos de yodo absorbidos por cien gramos de aceite o grasa; el cual se adiciona sobre los dobles enlaces como se observa en la ecuación (1). Para su determinación suelen usarse dos métodos, el de Hanus y el Wijs. La AOAC cita ambos, pero la AOCS recomienda el método de Wijs. Esta determinación es quizá el mejor método para clasificar los aceites, pues permanece casi inalterable por ligeros cambios en el estado del mismo, además, permite caracterizar la muestra dando una base para saber si es pura o se encuentra mezclada, indica también el grado de instauración que tienen las cadenas de los ácidos grasos del aceite (Romero & Vargas, 2005).

ACEITES SECANTES: (como el de linaza y los de pescado) tiene índices de yodo muy elevados que pasan de 120 g I/100g. Son los que al exponerse a la acción del aire absorben el oxígeno de este y forman películas transparentes semejantes a la goma elástica.

ACEITES NO SECANTES: (oliva, maní, almendras) tienen índices de yodo inferiores a 100 g I/100g. Son los que al exponerse a la acción del aire se mantienen líquidos y se espesan un poco.

ACEITES SEMISECANTES: (algodón, ajonjolí, maíz) tienen índices de yodo intermedios, estos aceites desecan menos que los aceites secantes y su índice de yodo está comprendido entre 100 y 120 g I/100g.

El índice de yodo puede variar ligeramente con la edad y la forma de conservación de las materias grasas. Generalmente los materiales viejos y mal conservados tienen un valor inferior al mismo material fresco y bien conservado. Esta variación es más crítica para los aceites secantes que absorben fácilmente el oxígeno del aire y se determina según la norma ICONTEC 283.

El grado de insaturación del aceite es importante, en primer lugar, porque está relacionado con el punto de fusión del mismo. A mayor cantidad de insaturaciones, el punto de fusión del aceite será menor. Sin embargo, como los aceites naturales están compuestos por diversos ácidos grasos (saturados e insaturados) con distintos puntos de fusión, ellos solidifican en realidad en un rango amplio de temperaturas (Romero & Vargas, 2005).

En segundo lugar, a mayor grado de insaturación (mayor índice de yodo) del aceite se obtendrá un biodiesel con menor índice de cetano, propiedad importante para la calidad de la combustión en el motor.

3.6.5. ÍNDICE DE PERÓXIDO (IP)

El índice de yodo mide el estado de oxidación que ha sufrido la grasa o el aceite, se expresa en número de miliequivalentes de oxígeno por kilogramo de grasa, se forman en los puntos de insaturación de las cadenas de carbonos de los ácidos grasos formando peróxidos, lo cual genera la oxidación de las grasas, esta es una de las principales causas de su deterioro y da lugar a la aparición de olores y sabores desagradables, conocidos como enranciamiento. La norma con la cual se determina esta prueba es la norma técnica colombiana ICONTEC 236 (Umarí, Chávez & Laura, 2002).

Cuando El ácido graso se expone a la presencia del oxígeno del aire, en presencia de luz o calor, a medida que transcurre el tiempo se van formando grupos peróxidos en los dobles enlaces del ácido graso.

Los peróxidos o compuestos de oxidación inicial se originan si el aceite no se protege de la luz y el calor, si es maltratada o no se guarda en envases adecuados, como consecuencia de ello, a mayor índice de peróxido menor será la capacidad antioxidante de un aceite (Umarí *et al.*, 2002).

El yodo es liberado por la acción del peróxido, el cual puede ser valorado mediante la prueba con una solución de tiosulfato de una cantidad de muestra conocida. El resultado se expresa como el número de miliequivalentes de oxígeno activo por kilogramo de grasa. La norma con la cual se determina esta prueba es la norma técnica colombiana ICONTEC 23650 (Umarí *et al.*, 2002). Las reacciones implicadas son las siguientes:

Luego de la formación de peróxidos ocurren reacciones secundarias de oxidación, que dan lugar a otros productos como perácidos, aldehídos, cetonas, alcoholes, etc. y posteriormente a compuestos cíclicos, aromáticos y polímeros, los cuales no son detectados por este índice. Entonces, se debe utilizar el índice de anisidina, que indica el contenido de aldehídos y cetonas. Por lo tanto, el IP sólo mide la primera fase de la oxidación de aceites y grasas. Un aceite apto para su consumo, deberá tener un índice de peróxido inferior a 5meq O₂/kg. El método (AOCS, Cd 8-53). Este método cuantifica los compuestos primarios de la reacción de oxidación de los aceites, los resultados se expresan como mili-equivalentes de peróxidos oxidados por el yoduro de potasio en un kilogramo de aceite (Umarí *et al.*, 2002).

3.7. CARACTERIZACIÓN CROMATOGRÁFICA DE LOS ACEITES DE LAS SEMILLAS DE: *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*.

La composición química de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, se realizó empleando la técnica de cromatografía de gases acoplado a espectrometría de masas, el cual provee información de los ácidos grasos, vitaminas y demás compuestos químicos presentes en el aceite de las semillas de estas especies en estudio.

3.7.1. CROMATOGRAFÍA DE GASES

La cromatografía de gases es una técnica analítica que permite separar mezclas de compuestos fácilmente volatilizables y térmicamente estables en sus componentes individuales. En todas las separaciones cromatográficas, la muestra se desplaza con una fase móvil, a través de una fase estacionaria con la que es inmisible fijada a una columna o a una superficie sólida. Las dos fases se eligen de tal forma que los componentes de la muestra se distribuyan de modo distinto entre ambas. Aquellos componentes fuertemente retenidos por la fase estacionaria se mueven lentamente con el flujo de la fase móvil; por el contrario, los componentes que se unen débilmente se mueven con rapidez. Como consecuencia de la distinta movilidad, los componentes de la muestra se separan en bandas que pueden identificarse cualitativa y/o determinarse cuantitativamente. La clasificación más frecuente en cromatografía, la marca el tipo de fase móvil, en este sentido la cromatografía de gases emplea como fase móvil un gas (Linde, n.d.).

En cromatografía de gases (CG), la muestra se volatiliza y se inyecta en la cabeza de una columna cromatográfica. La elución se produce por el flujo de una fase móvil de gas inerte, la fase móvil no interacciona con las moléculas del analito cuya única función es la del transporte de este a través de la columna. En este punto se produce la separación de los componentes de la mezcla, que finalmente son determinados gracias a un detector que amplifica la señal integrándola y dando lugar a los resultados analíticos (Gutiérrez *et al.*, 2014).

Existen fundamentalmente dos tipos de cromatografía de gases: Cromatografía Gas-Sólido (CGS) cuya fase estacionaria es un sólido y el tipo de equilibrio con la fase móvil es una adsorción y Cromatografía Gas-Líquido (CGL) cuya fase estacionaria es un líquido adsorbido sobre un sólido, el equilibrio lo marca el coeficiente de reparto.

3.7.2. CROMATOGRAFÍA DE GASES ACOPLADA A ESPECTROMETRÍA DE MASAS (GC-MS)

La cromatografía de gases es una técnica separativa que tiene la cualidad de conseguir la separación de mezclas muy complejas. Pero una vez separados, detectados, e incluso cuantificados todos los componentes individuales de una muestra problema, el único dato de que disponemos para la identificación de cada uno de ellos es el tiempo de retención de los correspondientes picos cromatográficos. Este dato no es suficiente para una identificación inequívoca, sobre todo cuando analizamos muestras con un número elevado de componentes, como es frecuente en cromatografía de gases capilar (Gutiérrez, Droguet, & Odeur, 2014).

Por otra parte, la espectrometría de masas puede identificar de manera casi inequívoca cualquier sustancia pura, pero normalmente no es capaz de identificar los componentes individuales de una mezcla sin separar previamente sus componentes, debido a la extrema complejidad del espectro obtenido por superposición de los espectros particulares de cada componente. Por lo tanto, la asociación de las dos técnicas, GC (“Gas Chromatography”) y MS (“Mass Spectrometry”) da lugar a una técnica combinada GC-MS que permite la separación e identificación de mezclas complejas (Gutiérrez *et al.*, 2014).

La utilización de la cromatografía de gases acoplada a un espectrómetro de masas requiere sistemas especiales de conexión. En principio, se trata de dos técnicas que trabajan en fase

gaseosa y necesitan una muy pequeña cantidad de muestra para su análisis, por lo que son muy compatibles. El único obstáculo serio a la hora de realizar su acoplamiento es que el efluente que emerge de la columna cromatografía sale a presión atmosférica y debe introducirse en el interior del espectrómetro de masas que trabaja a alto vacío. Actualmente, el acoplamiento directo resulta fácil cuando se utiliza la cromatografía de gases capilar, que es el caso más habitual (Gutiérrez *et al.*, 2014).

En resumen, una mezcla de compuestos inyectada en el cromatógrafo de gases se separa en la columna cromatográfica obteniendo la elución sucesiva de los componentes individuales aislados que pasan inmediatamente al espectrómetro de masas. Cada uno de estos componentes se registra en forma de pico cromatográfico y se identifica mediante su respectivo espectro de masas (Gutiérrez *et al.*, 2014).

4. SECCIÓN EXPERIMENTAL

El procedimiento experimental de este trabajo comenzó con el proceso de extracción y purificación de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, se determinaron algunos parámetros fisicoquímicos para medir su calidad e identificación del perfil de ácidos grasos, así como su transformación a biodiesel para medir el potencial energético. A las maderas de las tres especies en estudio se les realizó análisis químicos con el fin de determinar su utilidad y potencial energético como biomasa, para ser comparado con el potencial energético de los biodiesel en estudio.

4.1. OBTENCIÓN DE LA MATERIA PRIMA

Las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis* que se utilizaron en este trabajo de investigación, fueron recolectadas en los corregimientos el Hato, Cabuya y Coroza, pertenecientes al municipio de San Carlos- Córdoba; el fruto se tomó en buen estado de maduración, antes de su caída natural. Posterior a esta actividad se seleccionaron los mejores frutos y se almacenaron en una nevera portátil (icopor); en cuanto a la selección de la madera se consideraron parámetros mínimos como tener un buen estado fitosanitario y tronco recto, Se tomó secciones de ramas o tronco principal de 1 m de longitud y diámetros de 10 a 20 cm dependiendo del árbol en cada especie, luego de tener todas las muestras fueron trasladadas al laboratorio de cinética y biocombustibles perteneciente a la Universidad de Córdoba para la realización de posteriores análisis.

4.2. PREPARACIÓN DE LA MUESTRA PARA LAS SEMILLA

Los frutos o vainas maduras de *Samanea saman* se les retiró la cascara y se sacaron las semillas de su interior, luego estas se secaron a la sombra durante 8 días, pasado este tiempo fueron trituradas en un molino; el polvo obtenido fue almacenado en bolsas plásticas cerradas herméticamente, hasta posterior uso.



Figura 5. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de *Samanea saman*.

Los frutos de *Quercus robur* maduros, recolectados del árbol, se colocaron al sol durante dos días, hasta que las vainas que las recubre abrieran, de esta forma se pudo extraer sus semillas, luego se molieron y se almacenaron en bolsas plásticas con cierre hermético para la extracción posterior del aceite.



Figura 6. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de *Quercus robur*.

Los frutos maduros de *Tectona grandis* se colocaron a secar durante tres días con radiación solar intensa diaria de cuatro horas y resto del tiempo en la sombra, luego se extrajeron las

semillas y fueron maceradas en un mortero de porcelana, finalmente fueron almacenadas en bolsas plásticas con cierre hermético.



Figura 7. Vainas (A), Semillas (B), Semillas molidas de *Tectona grandis*.

4.3. EXTRACCIÓN DEL ACEITE

Para realizar el método de extracción por solvente en las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, se siguió el mismo procedimiento por triplicado, el cual consistió en: utilizar un equipo de soxhlet, empleando Hexano (Merck 99.0%) como solvente para ello se tomó la muestra macerada y fue transferida a un cartucho poroso, que se introdujo en el dispositivo de extracción Soxhlet, en el balón se agregó el hexano como solvente y se inició un reflujo sencillo durante dos horas con un balón fondo redondo con volúmenes variados de disolvente y un condensador de bolas en un baño de agua a la temperatura de ebullición de dicho disolvente, cuando finalizó el proceso de reflujo, se rota evaporó, recuperándose el solvente y obteniéndose el aceite crudo (Dunford & Zhang, 2003) (Romero, 2005).



Figura 8. Extracción de los aceites por método de solvente de las semillas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.3.1. PRETRATAMIENTO DEL ACEITE

Los aceites vegetales crudos frecuentemente tienen una gran cantidad de ácidos grasos libres, gomas, humedad y otros tipos de impurezas que afectan algunos procesos. Este refinado parcial (pretratamiento) incluyó un desgomado, neutralización, lavado y secado. El aceite obtenido se sometió a un proceso de filtrado y centrifugado, con el fin de eliminar las partículas sólidas que se encontraban en este.

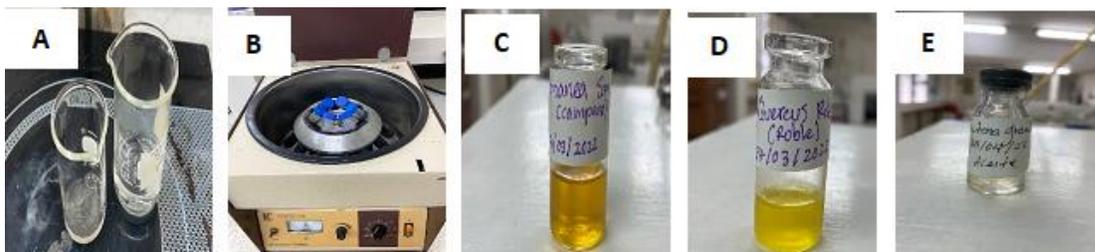


Figura 9. Pretratamiento de los aceites A) desgomado, B) centrifugado, C), D) y E) aceites crudos de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

4.4. ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE LOS ACEITES: *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*.

A continuación, se describen cada uno de los métodos utilizados para la caracterización de los aceites obtenidos a partir de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*; es preciso destacar que cada uno de estos análisis se realizaron por triplicado, y

fueron calculados los valores promedio y desviación estándar respectivas; los cuales constituyeron los datos finales de cada resultado.

4.4.1. HUMEDAD Y MATERIA VOLÁTIL – NTC 287

Para este procedimiento se colocó a secar las capsulas de porcelana en una mufla a 105 °C y se enfriaron en un desecador, luego se pesó una cantidad aproximada de 0,5 gramos de aceite, las capsulas con la muestra se colocaron en una mufla a 105 °C durante una hora, luego se trasladaron al desecador hasta que se enfriaron y posteriormente se pesó y se calculó su porcentaje mediante la ecuación (1) (Thiruvengadaravi *et al.*, 2012).

$$\% \text{ de Humedad y Materia Volatil} = \frac{P_a - P_f}{P_m} \times 100 \quad (1)$$

Dónde:

P_a = Peso de la capsula con la muestra en (g)

P_f = Peso de la capsula con la muestra al terminar la desecación

P_m = Peso de la muestra (g)



Figura 10. Contenido de humedad de los aceites A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.4.2. CORROSIÓN DE LA LÁMINA DE COBRE - ASTM D 130

Para este procedimiento se tomaron 10 mL de las muestras de aceite en un tubo de ensayo y se dejó en calentamiento hasta alcanzar 50 °C, momento en el cual se adiciono una lámina de cobre pulida y se dejó en calentamiento durante 3 horas, luego se retiraron las láminas y se lavó con etanol, posteriormente se observó si hubo cambio de color, comparándolo con las especificaciones de la Norma ASTM D130-10 y se clasificó el nivel de corrosión. En la figura 10 se presenta el Estándar de Corrosión en Lámina de cobre ASTM (American Society for Testing and Materials) donde se muestran los diferentes niveles de corrosión clasificados en categorías del 1 para el menos corrosivo hasta el 4 que describe el mayor nivel de corrosión (Sivakumar *et al.*, 2013).

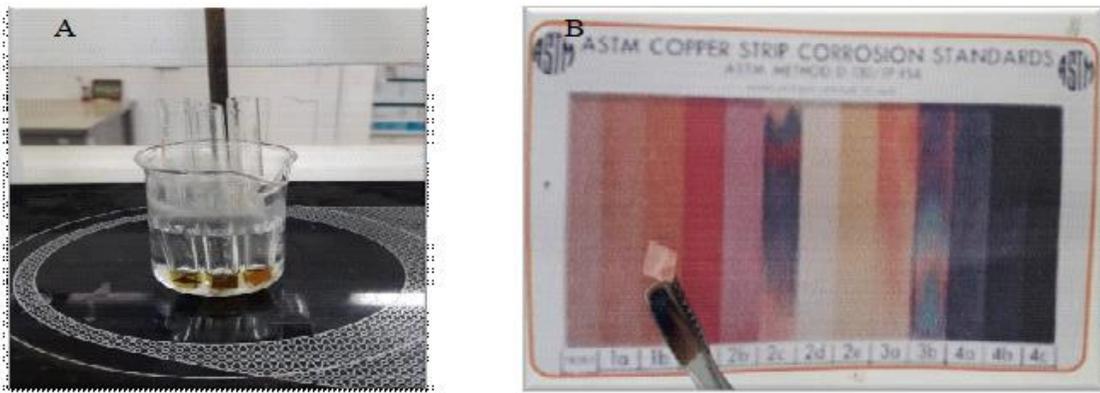


Figura 11. A) Análisis de Corrosión en lámina de cobre de los aceites en estudio, B) medición del grado de corrosión según estándar ASTM.

4.4.3. ÍNDICE DE ACIDEZ (IA) - NTC 218

Se pesó 0,5 g de la muestra en un erlenmeyer, luego se adiciono 50 mL de alcohol caliente neutralizado y 2 gotas del indicador (fenolftaleína), se tituló con una solución de hidróxido de sodio, agitando vigorosamente hasta que apareció el primer color rosado permanente, de

la misma intensidad que la del alcohol neutralizado antes de la adición de la muestra, luego se procedió a realizar los cálculos respectivos de acuerdo a la ecuación (2) (Hariharan, Vijayakumar, & Rajagopal, 2009).

Cálculos:

$$\text{Índice de Acidez} = \frac{V \times 56.1 \times N}{Pm} \quad (2)$$

Dónde:

V = Volumen en mL de hidróxido de sodio empleado (muestra y blanco)

N = Normalidad del hidróxido de sodio

Pm = Peso del aceite en gramos

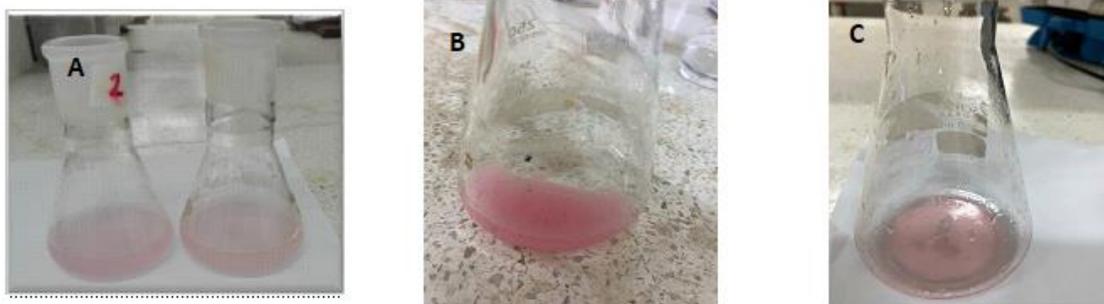


Figura 12. Índice de acidez de los aceites de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.4.4. ÍNDICE DE PERÓXIDOS (IP) – NTC 264

Se pesó 0.5 g de muestra en un erlenmeyer de 250 mL con un tapa de vidrio, se agregó 30 mL de solución de ácido acético – cloroformo (3:2), agitando para disolver la muestra, se añadió 0.5 mL de solución saturada de yoduro de potasio, esta solución se dejó reposar por 1 minuto, se agito ocasionalmente y luego se agregó 30 mL de agua destilada y 0.5 mL de la solución de almidón (indicador), se tituló con tiosulfato de sodio 0.01 N hasta que desapareció el color azul, de igual forma se realizó la determinación con un blanco; después se procedió a realizar los respectivos cálculos según la ecuación (3) (Haldar, Ghosh, & Nag, 2009).

$$\text{Índice de Peróxido} = \frac{(V_M - V_B) \times N \times 1000}{P_m} \quad (3)$$

Dónde:

V_M = Volumen gastado en la titulación de la muestra (mL).

V_B = Volumen gastado en la titulación del blanco (mL).

N = Normalidad de la solución de tiosulfato.

P_m = Peso de la muestra (g).



Figura 13. Índice de peróxidos de los aceites de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.4.5. ÍNDICE DE YODO (MÉTODO DE HANUS) - NTC 283

Se pesó 0,5g de aceite en un erlenmeyer, esta muestra se disolvió en 15 ml de cloroformo, después se agregó 25 mL del reactivo de Wijs y se dejó reposar exactamente 30 minutos en la oscuridad agitando ocasionalmente.

Luego a esta mezcla se le agregó 20 mL de solución de KI al 15%, se agito vigorosamente y se lavó con 150 mL de agua recién hervida y enfriada. Posteriormente se añadió 1 mL del indicador de almidón y se tituló el yodo con tiosulfato de sodio 0.1 N, hasta que el color azul formado desapareció completamente; finalmente se realizaron los cálculos de acuerdo a la ecuación (4) (Usta *et al.*, 2011).

$$\text{Índice de Yodo} = \frac{(V_B - V_M) \times N \times 12.67}{P_m} \quad (4)$$

V_B = Volumen gastado en la titulación del blanco (mL).

V_M = Volumen gastado en la titulación de la muestra (mL).

N = Normalidad de la solución de tiosulfato

Pm = Peso de la muestra (g).



Figura 14. Índice de yodo de los aceites de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.5. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS ACEITES DE *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*

La composición química de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*, se determinó mediante técnicas espectroscópicas como Cromatografía de gases acoplado a un espectrómetro de masa (GC-MS)

4.6. ANALISIS BROMATOLÓGICOS DE LAS HARINAS RESIDUALES DE LAS SEMILLAS DE *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis*.

4.6.1. HUMEDAD - AOAC 950.43

Para determinar el contenido de humedad a la harina residual, se pesó 2g de cada materia prima y se vertió en una capsula de porcelana, luego se introdujeron en una mufla, a 100°C durante 2 horas; transcurrido ese tiempo, se retiraron de la mufla y se dejó enfriar en un

deseCADador, luego se pesó y se calculó el contenido de humedad con la diferencia de peso utilizando la ecuación (5) (Gaviria *et al.*, 2015).

$$\% \text{ de humedad} = \frac{P_i - P_f}{P_i} \times 100\% \quad (5)$$

Donde:

P_i = (Peso de la capsula + muestra humedad)-(peso de capsula)

P_f = (Peso de la capsula + muestra seca)-(peso de capsula)

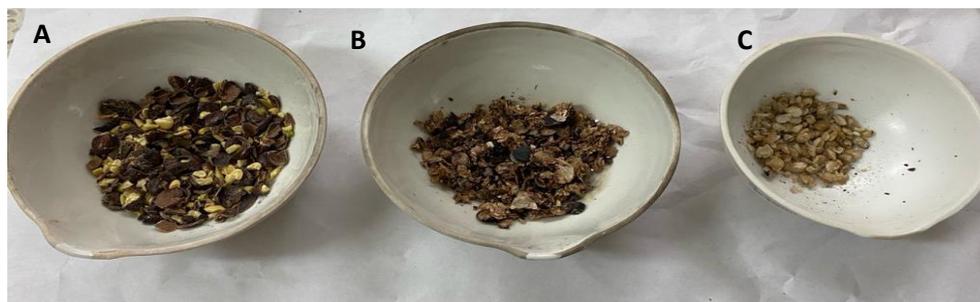


Figura 15. Contenido de humedad de las harinas residuales de las semillas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.6.2. CENIZAS - AOAC 920.53

Se determinó secando 2g de cada muestra en un crisol, se introdujo en una mufla a 100°C durante 2 horas, después se calcino a 550°C hasta peso constante; las cenizas obtenidas se pesaron; luego con estos datos se calculó el porcentaje de cenizas con la ecuación (6) (Gaviria *et al.*, 2015).

$$\% \text{Cenizas} = \frac{P_f}{P_i} \times 100\% \quad (6)$$

Donde:

P_i = (Peso de la capsula + muestra)-(peso de capsula)

$$P_f = (\text{Peso de la capsula} + \text{muestra cenizas}) - (\text{peso de capsula})$$

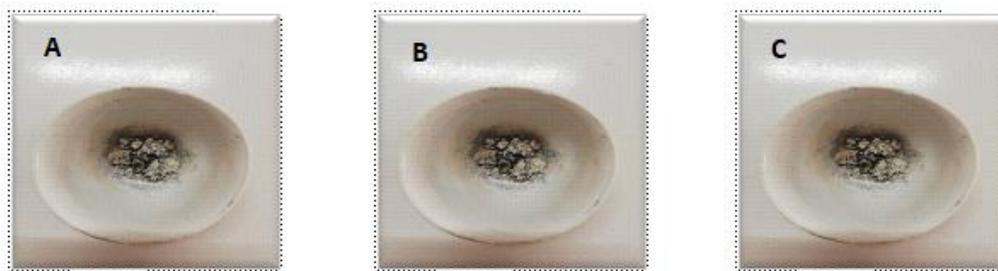


Figura 16. Contenido de cenizas de las harinas residuales de las semillas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.6.3. PROTEÍNAS - AOAC 968.06

El análisis de proteínas se realizó por el método Kjeldahl. Este método se basó en la transformación del nitrógeno contenido en la muestra en sulfato de amonio mediante la digestión con ácido sulfúrico en presencia de un catalizador (Gaviria *et al.*, 2015).

Para realizar el contenido de proteínas se llevó a cabo en dos fases, la primera consistió en la digestión de la muestra y la segunda en la destilación, procesos que se describen a continuación: para la digestión se colocó 0.5g de la muestra en el balón Kjeldahl, se agregó 10 mL de ácido sulfúrico al 98% y 5 mL de solución digestora y 10 perlas de ebullición; luego se sometió a calentamiento de la siguiente manera: 15 minutos a 200 °C aproximadamente para la extracción de humos blancos; luego 60 minutos a 400 °C para terminar la digestión, luego se dejó enfriar a temperatura ambiente se adiciono lentamente 30 mL de agua sin dejar que la muestra se solidificara. Posteriormente, se dejó reposar y se adiciono en forma lenta 30mL de agua y 80mL de NaOH hasta completar 4 min, finalmente la mezcla se destilo, dejando el terminal del equipo de destilación inmerso en una solución de ácido bórico al 4% v/v; el destilado obtenido en esta solución se tituló con ácido clorhídrico y se realizaron los cálculos correspondientes según la ecuación (7). (Gaviria *et al.*, 2015).

$$\% \text{ Proteína} = \frac{V * N * 14 * f}{100 * WM} * 100 \quad (7)$$

Donde:

V = Es el volumen en mL gastado de ácido en la titulación.

N = Representa la normalidad del ácido clorhídrico.

14 = Son los equivalentes-gramo del nitrógeno.

f = Es el factor proteico en este caso es de 6.25.

WM = Es el peso de la muestra en gramos



Figura 17. Etapas del proceso de determinación de proteínas en las harinas de estudio

4.6.4. GRASA CRUDA - AOAC 991.36

Para el análisis químico de grasa, en la práctica correspondiente, se utilizó el método de Soxhlet, en el cual la grasa se extrae de la muestra por medio de hexano.

Se utiliza el método oficial 920.39 C modificado (AOAC, 2000). Se pesó 2g de harina de las muestras en un papel filtro y se colocaron en el dedal dentro del equipo de extracción Soxhlet, seguidamente, sobre un crisol de vidrio seco y tarado, se adiciono 70 mL hexano y se sometió la muestra a sucesivos ciclos de extracción durante una hora, luego, se evaporo el solvente y el crisol con la grasa extraída se colocó en el desecador hasta peso constante. Finalmente se realizaron los cálculos pertinentes del porcentaje de grasa cruda de acuerdo a la ecuación (8) (Gaviria *et al.*, 2015).

$$\% \text{ Grasa cruda} = \frac{(\text{peso de grasa extraida})}{\text{peso de materia seca}} \times 100\% \quad (8)$$



Figura 18. Determinación de grasa en las harinas de las semillas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.6.5. FIBRA - AOAC 985.29

El contenido de fibra se determinó mezclando 1g de la harina residual triturada (WM) con 200mL de ácido sulfúrico al 1.25% v/v y se sometió a ebullición durante 30 minutos, luego se filtró al vacío y se lavó con agua hirviendo varias veces, hasta obtener agua de lavado libre de ácido. El residuo se agregó en un beakers y se adiciono 200mL de solución acuosa caliente de hidróxido de sodio al 1.25% p/v, se dejó hervir durante 30min y se filtró, se lavó varias veces con agua hirviendo y con porciones pequeñas de alcohol para recoger el residuo; que posteriormente se secó a 105°C durante 2 horas, se pesó y se registró como peso 1 (P_1); luego se llevó a la mufla a 500°C durante 1 hora y se pesó obteniendo el peso 2 (P_2), finalmente se calculó el porcentaje de fibra de acuerdo con la ecuación (9) (Gaviria *et al.*, 2015).

$$F = \frac{(P_i - P_f)}{P_m} \times 100\% \quad (9)$$

Dónde:

P_i = Peso de la muestra después de 2 horas a 105°C

P_f = Peso de la muestra después de calcinada a 500°

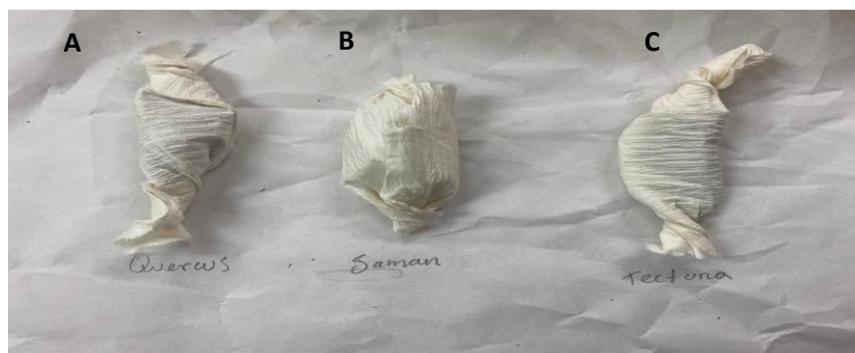


Figura 19. Contenido de fibra de las harinas residuales de las semillas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.6.6. CARBOHIDRATOS

El contenido de carbohidratos se calculó haciendo la diferencia entre 100% con la sumatoria de los porcentajes de proteína cruda, grasa cruda, fibra y cenizas, como se muestra en la ecuación (10).

$$\% \text{ Carbohidratos} = 100 - \sum(\%P + \%G + \%F + \%C) \quad (10)$$

4.7. PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS DE MADERA DE *Samanea saman*, *Quercus robur*, *Tectona grandis* PARA EL ANÁLISIS QUÍMICO.

Para las muestras de madera, se inició quitando las cortezas que fueron desechadas, posteriormente se realizó el tronzado de las maderas empleando un aserradero portátil hidráulico LT40 Wood - Mizer, del cual se obtuvo una mezcla homogénea de duramen y albura; finalmente se realizó el tamizado a través de una malla N° 40 (0,42mm), de acuerdo con la norma TAPPI T 12 os-75; el polvo de madera obtenido en este procedimiento, fue almacenado en bolsas plásticas de cierre hermético, convirtiéndose en la muestra que se tomó para la terminación de humedad y obtención de extractivos.

4.7.1. OBTENCIÓN DE EXTRACTIVOS - TAPPI T 12 os-75

Para la obtención de extractivos se usó el equipo de Soxhlet, los análisis se realizaron por triplicado para cada especie. De la mezcla homogénea de albura-duramen de cada especie se pesó aproximadamente 4 gramos, y se colocó en un cartucho poroso, el mismo que se introdujo en el extractor Soxhlet. Se empleó como solvente orgánico el éter de petróleo y etanol. La extracción se dio por finalizada cuando el solvente presentó un aspecto incoloro, se procedió a colocar los balones en el desecador y finalmente se pesó para calcular su porcentaje empleando la ecuación (11).

$$\% \text{ extractivos} = (P_{\text{inicial}} - P_{\text{final}}) \times 100 \quad (11)$$

Dónde:

P inicial= peso inicial de la muestra

P final: peso de la muestra final.



Figura 20. Contenido de extractivo de las maderas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.7.2. CENIZAS - TAPPI T 15 os-58

Para la determinación de cenizas se empleó la norma TAPPI T 15 os-58, para lo cual se procedió a pesar 5 gramos de la mezcla, en un crisol de peso conocido, el cual fue sometido a altas temperaturas en un plato caliente hasta que se carbonizó y finalmente introdujo a la mufla a 575°C durante un período de 3 horas; pasado este tiempo se dejó enfriar en el desecador durante 15 minutos, se procedió a pesar y calcular el porcentaje de ceniza mediante la ecuación (12).

$$\% \text{ ceniza} = (P_{\text{final}} + P_{\text{inicial}}) \times 100 \quad (12)$$

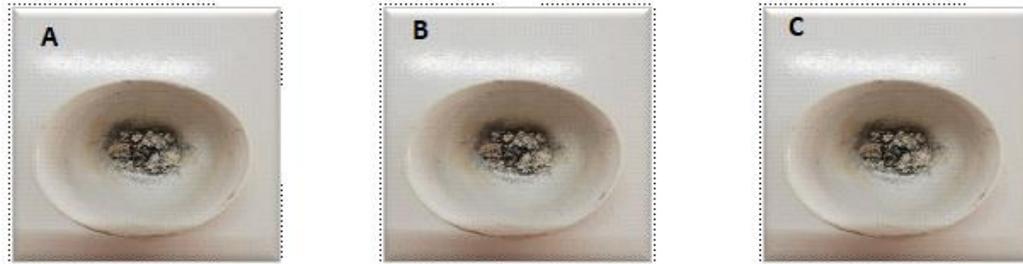


Figura 21. Contenido de cenizas de las maderas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*

4.7.3. HOLOCELULOSA - T 264 cm-97

El contenido de holocelulosa se determinó según la ecuación Poletto *et al.*, (2012).

$$\% \text{ Holocelulosa} = 100 - (\% \text{ lignina} + \% \text{ extractivo} + \% \text{ ceniza}) \quad (13)$$

4.7.4. LIGNINA

La determinación de lignina se realizó con la norma TAPPI 222 os-74; se pesó 0,1 gramos de las muestras libres de extractivos, a estas se les adiciono 1,5 ml de H₂SO₄ al 72 % dejando reposar por 15 minutos, luego se agregó 60 ml de agua destilada, se dejó hervir a reflujo durante 30 minutos, se enfrió y filtro este residuo, por último se colocó en la estufa a 100°C donde se secó y por último se pesó, se calculó el porcentaje mediante la ecuación (14).

$$\% \text{ Lignina} = \frac{(\text{papel filtro} + \text{residuo}) - (\text{masa seda papel filtro vacio})}{\text{masa de muestra seca}} \times 100 \quad (14)$$

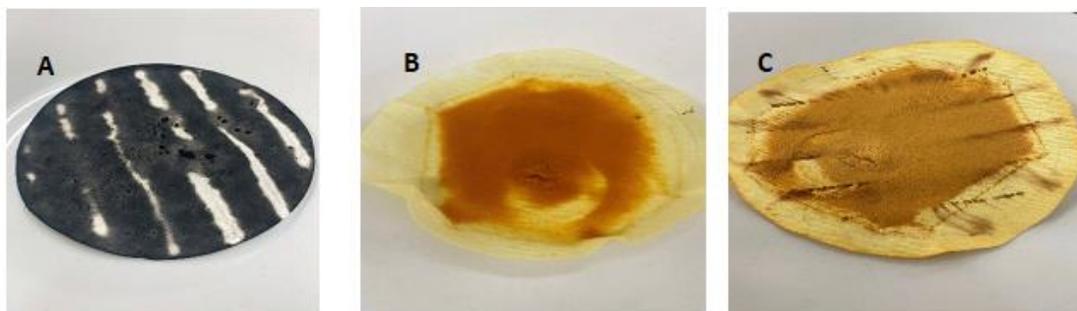


Figura 22. Contenido de lignina de las maderas de A) *Samanea saman*, B) *Quercus robur* y C) *Tectona grandis*.

4.7.5. CELULOSA - ASTM D 1103-60

Dos gramos de holocelulosa anhidra se colocaron en un vaso de precipitado de 250 mL y se adiciono 10 mL de hidróxido de sodio (NaOH) al 17,5%, agitando el material con una varilla de vidrio; la solución se cubrió con un vidrio de reloj y se colocó en un baño maría a 20 °C. A intervalos de 5 min se agregaron 5 mL de NaOH al 17,5%, para un total de 25 mL y se dejó reposar por 30 min. Después de 45 min se añadió 33 mL de agua destilada, se mezcló la solución, dejándola reposar por 1 h y luego se filtró al vacío con un embudo Buchner, el papel filtro utilizado fue previamente pesado, se lavó tanto el residuo, como los restos que quedaron en el vaso de precipitado con 100 mL NaOH al 8,5% y agua destilada, después se vertió en el crisol 15 ml de ácido acético al 10% al vacío y se esperó 3 minutos para continuar con la filtración al vacío y se lavó con agua destilada hasta obtener un pH neutro. El contenido de α -celulosa se determinó una vez que el crisol con la muestra se secó en el horno a 105 °C hasta que el peso fue constante; finalmente se calculó el porcentaje de celulosa aplicando la ecuación (15)

$$\% \text{ Celulosa} = 100 - \frac{6,85 (V_2 - V_1) * N * 20}{V_3 * PM} \quad (15)$$

Donde:

V_1 = Volumen titulación de la muestra

V_2 = El volumen de titulación en blanco

V_3 =Volumen de la solución

Pm = peso de la muestra



Figura 23. Contenido de alfa celulosa de las maderas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

4.7.6. HEMICELULOSAS

El contenido de hemicelulosas se calculó como la diferencia entre los valores de los contenidos de holocelulosa y celulosa (Urrelo, Leal y Bozo, 2016).

$$\% \text{ Hemicelulosa} = 100 - (\% \text{ Celulosa} + \% \text{ Lignina}) \quad (16)$$

5. RESULTADOS Y ANÁLISIS

5.1. EXTRACCIÓN DEL ACEITE

A continuación se analizan los resultados de las propiedades evaluadas para los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, extraídos por el método de extracción por solvente.

5.1.1. MÉTODO DE EXTRACCIÓN POR SOLVENTE

Los resultados obtenidos de los aceites de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* mediante el método de extracción por solvente son descritos en las Tablas 6, 7 y 8 respectivamente, donde se muestran los datos de cada análisis por triplicado, sus valores promedios y desviaciones estándar.

Tabla 5. Extracción del aceite por el método solvente de *Samanea saman*

Variabes	Muestra (g)	Solvente (ml)	Aceite crudo (ml)	Aceite Crudo (g)	Aceite desgomado (ml)	Aceite extraído (%)	Rendimiento (%)
Muestra 1	50,003	250	10,5	6,034	7,2	18,998	12,067
Muestra 2	50,008	250	10,8	6,058	7,4	16,397	12,114
Muestra 3	50,003	250	9,8	5,956	6,8	18,398	11,911
Promedio	50,004	250	11,16	6,016	7,13	17,931	12,030
Desviación	-	-	-	-	-	± 0,6420	± 0,050

La Tabla 5, muestra los resultados obtenidos en promedio de los porcentajes de extracción de aceite y rendimiento de las semillas de *Samanea saman*, se obtuvo 7,13 ml de aceite, con un porcentaje en promedio de 17,931% ($\pm 0,642$) de aceite extraído por el método de extracción por solvente y un rendimiento del 12,030% ($\pm 0,050$).

Tabla 6. Extracción de aceite por el método solvente de *Quercus robur*

Variables	Muestra (g)	Solvente (ml)	Aceite crudo (ml)	Aceite Crudo (g)	Aceite desgomado(ml)	Aceite extraído (%)	Rendimiento (%)	Ref % / Rend
Muestra 1	50,052	250	4,2	2,324	0,8	4,643	19,047	-
Muestra 2	50,797	250	4,6	2,445	1,0	4,816	21,739	-
Muestra 3	49,708	250	3,9	2,132	0,8	4,289	20,512	-
Promedio	50,186	250	4,2	2,300	0,8	4,582	20,432	6,3 / 22,0
Desviación	-	-	-	-	-	±0,126	± 0,635	-

Ref. (Pawel *et al*, 2019)

La Tabla 6, contiene los resultados de los porcentajes de aceite extraído y rendimiento del aceite de las semillas de *Quercus robur*, obteniendo porcentajes de 4,582% ($\pm 0,126$) y 20,432% ($\pm 0,635$) respectivamente, para corroborar estos datos se comparó con los resultados de (Pawel *et al*, 2019) quienes reportan valores de 6,3 % de extracción de aceite y 22,0 % de rendimiento; existe una diferencia en estos resultados la cual puede ser debido a la composición fisicoquímica del suelo y condiciones medio ambientales de la planta, las cuales influyen en su desarrollo fisiológico diferenciando la composición química de los componentes de la planta (semillas, aceite, madera).

También se compararon estos resultados con otras especies de *Quercus robur* (Pawel *et al*, 2019), encontrando que el porcentaje de aceite extraído en las semillas de *Quercus robur* en este trabajo en algunas especies es mayor y en otras menor, por ejemplo para el primer caso: *Quercus pétrea* (2,8 %), *Quercus libani* (2,8%), *Quercus pontica* (1,6%), pero también es menor que en otras especies de *Quercus* como: el *Quercus rubra* (7,3%), *Quercus brantii* (7,5%) y *Quercus trojana* (6,9%) (Özcan, 2007). Comparando el porcentaje de rendimiento se encontró resultados similares en especies como *Quercus wislizenii* (20,6%) *Quercus agrifolia* (18,4–22,4%), *Q Kelloggii* (19,8%) (Wagnon, 1946).

Tabla 7. Extracción de aceite por el método solvente de *Tectona grandis*

Variables	Muestra (g)	Solvente (ml)	Aceite crudo (ml)	Aceite Crudo (g)	(ml) Aceite desgomado	(%) Aceite extraído	Rendimiento (%)	Referencia
Muestra 1	50,002	250	21,5	19,278	17,8	38,554	82,790	-
Muestra 2	50,001	250	20,8	18,251	17,3	36,500	83,173	-
Muestra 3	50,000	250	19,7	17,321	16,2	34,642	82,233	-
Promedio	50,001	250	20,6	18,283	17,4	36,565	82,732	39,2
Desviación	-	-	-	-	-	± 0,924	± 0,222	-

Ref. (Bachheti *et al*, 2012)

La Tabla 7, muestra los porcentajes en promedio de aceite extraído y rendimiento de las semillas de *Tectona grandis* los cuales son 36,565% ($\pm 0,924$) y 82,732% ($\pm 0,222$) respectivamente, estos resultados son comparables con un estudio realizado a partir de semillas procedentes de la India descrita por los autores Bachheti *et al*, (2012), en donde reportan un porcentaje de aceite extraído de 18,0% y 39,2% de rendimiento. Cabe señalar que en estos estudios se utilizaron distintos solventes, razón por la cual, se presume la diferencia entre ambos rendimientos obtenidos. En consecuencia, con la ausencia de reportes de extracción del aceite a partir de semillas de *Tectona grandis* y empleando hexano como solvente es factible realizar una comparación a modo de referencia frente a otro tipo de semillas como la Chía que reporta un 24,80 % con dicho disolvente (Cefla, 2015).

5.1.2. PROPIEDADES FISICOQUIMICAS DE LOS ACEITES DE *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*

En las siguientes tablas se presentan los resultados obtenidos para cada uno de los análisis realizados a los aceites de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, obtenidos por el método de extracción por solvente.

5.1.2. HUMEDAD

En las Tablas 8, 9 y 10 se indican los porcentajes de humedad de los aceites extraídos por el método de solvente para cada una de las especies en estudio.

Tabla 8. Porcentaje de humedad del aceite de *Samanea saman* obtenido por el método de extracción por solvente.

Variables	W(g) muestra húmeda	W(g) muestra seca	Humedad (%)	CODEX (Valor máx.)
Muestra 1	0,5102	0,4865	4,64	-
Muestra 2	0,5027	0,4679	6,92	-
Muestra 3	0,5086	0,4686	7,86	-
Promedio (\bar{x})	-	-	6,4	< 0,2
Desviación (s)	-	-	$\pm 0,74$	-

La Tabla 8, muestra los resultados obtenidos para el contenido de humedad del aceite de *Samanea saman* obtenido por el método de solvente, este presentó un porcentaje en promedio con una desviación estándar de $6,4\% \pm (0,76)$; este mayor valor puede ser causado porque las semillas tenían un alto contenido de humedad y las paredes del recipiente donde se almacenó el aceite antes del análisis podía tener trazas de agua. Se comparó este resultado con los estándares de la norma CODEX que tiene un porcentaje de humedad máximo de 0,2%, evidenciando que el valor obtenido en este trabajo no está dentro del parámetro permitido por la norma para su uso en la alimentación humana, sin embargo, puede ser empleado en otras industrias para la elaboración de jabones o pinturas.

Tabla 9. Porcentaje de humedad del aceite de *Quercus robur* obtenido por el método de extracción por solvente.

Variables	W(g) M húmeda	W(g) M seca	Humedad (%)	CODEX (V máx.)
Muestra 1	0,5105	0,4967	2,64	-
Muestra 2	0,5109	0,2791	2,07	-
Muestra 3	0,5076	0,4947	2,54	-
Promedio (\bar{x})	-	-	2,41	< 0,2

Desviación (s)	-	-	$\pm 0,14$	-
----------------	---	---	------------	---

La Tabla 9, muestra los resultados obtenidos para el contenido de humedad del aceite de *Quercus robur* obtenido por el método de solvente, este presenta un porcentaje en promedio con una desviación estándar de $2,41\% \pm (0,143)$, se puede observar que este valor está por encima del valor máximo permitido por la norma CODEX para su uso en el consumo humano, por tal razón, su uso se extiende más allá de la alimentación enfocándose en las industrias cosméticas entre otras.

Tabla 10. Porcentaje de humedad del aceite de *Tectona grandis* obtenido por el método de extracción por solvente.

Variables	W(g) M húmeda	W(g) M seca	Humedad (%)	CODEX (V máx.)
Muestra 1	0,5023	0,4762	5,10	-
Muestra 2	0,5056	0,4856	3,90	-
Muestra 3	0,5105	0,4885	4,30	-
Promedio (\bar{x})	-	-	4,43	< 0,2
Desviación (s)	-	-	$\pm 0,28$	-

La Tabla 10, muestra los resultados obtenidos para el contenido de humedad del aceite de *Quercus robur* obtenido por el método de solvente, este presentó un porcentaje en promedio con una desviación estándar de $4,43\% \pm (0,288)$, a falta de estudios reportados para el contenido de humedad del aceite de *Tectona grandis*, no se pudo hacer la comparación del valor obtenido en este estudio con otro que haya sido reportado. Se encontró que el contenido de humedad para el aceite de *Tectona grandis* es relativamente alto y no cumple con los estándares de la norma CODEX para su uso comestible, abriéndole posibilidades para su uso en otras industrias donde sea requerido.

En la Tabla 11, se puede observar que para las materias primas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, se encontró el más bajo grado de corrosión, clasificado en la categoría 1 A que según la norma ASTM, lo describe como un leve deslustre del metal, lo cual indica que el cobre prácticamente no reaccionó con los aceites, es decir que poseen una buena resistencia a la corrosión, lo cual es positivo ya que este parámetro es importante para el almacenamiento de los aceites.

5.1.3. ÍNDICE DE ACIDEZ

En las Tablas 12, 13 y 14 se muestran los valores obtenidos del índice de acidez de los aceites extraídos por el método de solvente de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

Tabla 12. Índice de acidez del aceite de *Samanea saman*

Variables	W(g) muestra	V(mL) NaOH	Índice de acidez (mgKOH/g)	CODEX (Valor máx.)	Referencia
Muestra 1	0,5076	2,40	26,5	-	-
Muestra 2	0,5124	2,55	27,9	-	-
Muestra 3	0,5178	2,60	28,1	-	-
Promedio (\bar{x})	-	-	27,5	4,0 mg KOH/g	27,23 mg KOH/g

Desviación (s)	-	-	± 0,71	-	-
----------------	---	---	--------	---	---

Ref. (Sekhar *et al*, 2021)

La Tabla 12, indica el valor promedio de índice de acidez para el aceite de *Samanea saman* el cual fue de 27,5 mg KOH/g \pm (0,71); se comparó este resultado con el publicado por Sekhar *et al*, (2021), donde reportan un índice de acidez de 27,23 mg KOH/g, se observa que los resultados son similares, de acuerdo, con estos resultados el aceite extraído no se encuentra dentro del parámetro establecido según la norma CODEX cuyo valor máximo permitido es de 4mg KOH/g de aceite para su uso en la industria alimenticia pero abriendo puertas para su uso en otras industrias. Un alto contenido de acidez en los aceites produce la reacción de hidrólisis que genera el desprendimiento de las moléculas de ácidos grasos libres en el aceite, lo cual, aumenta su acidez.

5.1.4. ÍNDICE DE YODO

Los resultados para el Índice de yodo de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, extraídos por el método de solvente se muestran en las Tablas 15, 16 y 17.

Tabla 15. Índice de yodo del aceite de *Samanea saman*, obtenido por el método solvente

Variables	W(g) muestra	V(mL) Na ₂ S ₂ O ₃	V(mL) blanco	Índice de yodo (g de I/100g)	CODEX (Valor máx.)	Referencia
Muestra 1	0,2545	17,3	30,0	63,22	-	-
Muestra 2	0,2543	17,3	30,0	63,12	-	-
Muestra 3	0,2562	17,2	30,0	63.15	-	-
Promedio (\bar{x})	-	-	-	63,16 g I/100g	75 – 94 g I/100g	65,8 g I/100g
Desviación (s)	-	-	-	± 0,04	-	-

Ref. (Sekhar *et al*, 2021)

La Tabla 15, Contiene el resultado del índice de yodo para el aceite de *Samanea saman* el cual fue de 63,16 g I/100g \pm (0, 04); se comparó este resultado con el reportado por Sekhar

et al, (2021) cuyo valor fue de 65,8 g I/100g siendo similar al obtenido en este trabajo; también, se compararon estos resultados con los estándares de la norma CODEX para su uso en la industria alimenticia, evidenciando que no se encuentran dentro del rango permitido para esta norma, pero si se pueden utilizar en otras industrias, teniendo en cuenta estos resultados que fueron inferiores a 100 g I/100g, lo cual permite clasificar este aceite como no secante, es decir, que los aceites que caen en este rango podrían tener un uso potencial en la industria de lubricantes, plásticos y medicamentos.

5.1.5. ÍNDICE DE PERÓXIDO

Los resultados para el Índice de peróxido de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, extraídos por el método de solvente se muestran en la Tabla 18.

Tabla 18. Índice de peróxido de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* extraídos por el método solvente

Variables	W(g) muestra	V(mL) Na ₂ SO ₃	V(mL) blanco	Í. de peróxido (MeqO ₂ /Kg)	CODEX (V máx.)	ANDI (V máx.)	Referencia
Muestra 1	0,5167	1,3	1,0	5,806	-	-	-
Muestra 2	0,5138	1,1	1,0	3,892	-	-	-
Muestra 3	0,5156	1,2	1,0	3,878	-	-	-
Promedio (\bar{x})	-	-	-	4,525	< 15,0 meqO ₂ /Kg	< 5,0 meqO ₂ /Kg	4,02 meqO ₂ /Kg
Desviación (s)	-	-	-	±0,522	-	-	-
Muestra 1	0,5090	6,70	6,50	3,94	-	-	-
Muestra 2	0,5108	7,00	6,70	5,87	-	-	-
Muestra 3	0,5113	7,70	7,40	5,86	-	-	-

Promedio (\bar{x})	-	-	-	5,22	< 15,0 meqO ₂ /Kg	< 5,0 meqO ₂ /Kg	-
Desviación (s)	-	-	-	±0,52			-
Muestra 1	0,5124	2,3	1,5	15,612	-	-	-
Muestra 2	0,5119	1,9	1,5	17,581	-	-	-
Muestra 3	0,5126	2,3	1,5	15,606	-	-	-
Promedio (\bar{x})	-	-	-	16,266	< 15,0 meqO ₂ /Kg	< 5,0 meqO ₂ /Kg	-
Desviación (s)	-	-	-	±0,360	-	-	-

Ref. 1 (Sekhar *et al*, 2021)

La Tabla 18, contiene los resultados para el índice de peróxido de los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* los cuales son de 4, 52 meqO₂/Kg ± (0,522), 5,22 meqO₂/Kg ± (0,523) y 16,26 meqO₂/Kg ± (0,360) respectivamente. Se comparó el valor reportado por Sekhar *et al*, (2021) cuyo valor fue de 4,02 meqO₂/Kg para índice de peróxido de *Samanea saman*, siendo este valor similar al obtenido en esta investigación. También se puede observar que el índice de peróxido de *Quercus robur* es menor que el obtenido para *Tectona grandis*; además, es evidente que todos los valores cumplen con los estándares de calidad de las normas CODEX y ANDI para su uso en la alimentación. Además, un bajo índice de peróxido indica una mayor estabilidad del aceite sin riesgo a oxidarse durante el almacenamiento.

5.2. COMPOSICIÓN QUÍMICA DE LOS ACEITES DE *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*

La composición química de los aceites en estudio se determinó mediante cromatografía de gases acoplada a espectrometría de masas; a continuación se presentan los espectros correspondientes así como su identificación.

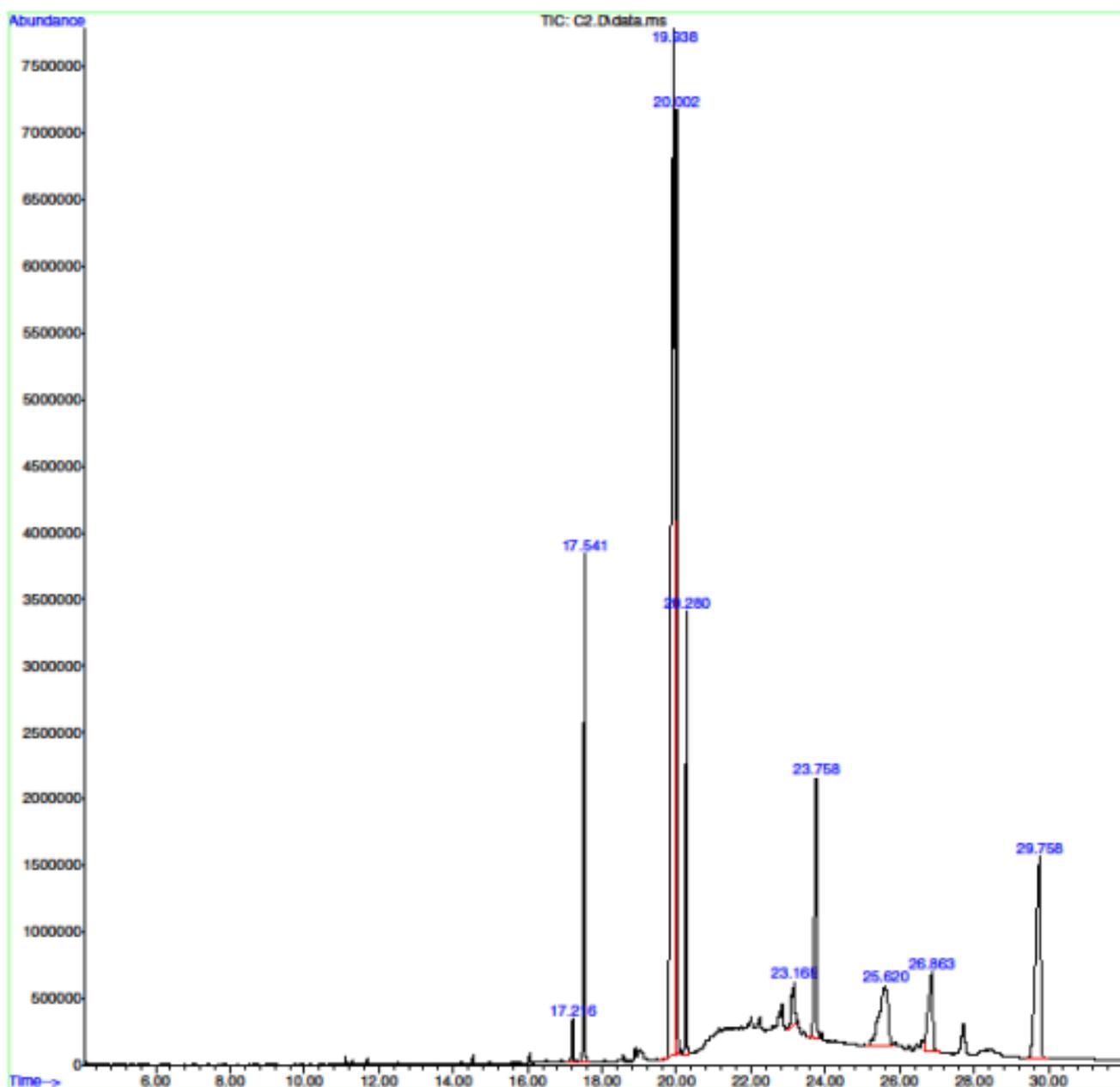


Figura 24. Cromatógrama de la composición química del aceite de *Samanea saman*.

En la figura 24 se presenta el cromatograma de la composición química del aceite de *Samanea saman*, donde se identifican diez picos correspondientes a ácidos grasos saturados e insaturados, los cuales son identificados a través de sus fragmentaciones características de los espectros de masas en las Figuras 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31 y las Tablas 21, 22, 23, 24, 25, y 26; la composición química de estos ácidos grasos se resumen en la Tabla 20

TABLA 20. Composición química del perfil de ácidos grasos de los aceites de *Samanea saman*

ÁCIDOS GRASOS	#C/DOBLE ENLACE	RT	%
Palmitico	C16:0	17,541	4,33
Palmitoleico	C16:1	17,216	1,01
Esteárico	C18:0	20,28	5,52
Oleico	C18:1 ω -9	20,002	12,61
Linoleico	C18:2 ω -6	19,938	60,12
Araquídico	C20:0	29,758	8,38
Araquidónico	C20:4 ω -9	23,758	5,59
Gadoleico	C20:1	23,165	2,44
Insaturados	-	-	81,77
Saturados	-	-	18,23

La Tabla 20, contiene el resultado de los ácidos grasos presentes en el aceite de *Samanea saman*, el cual tiene en mayor proporción los ácidos Oleico, Linoleico, Behénico, Esteárico y Araquidico con porcentajes de 12,61, 60,12, 8,38, 5,52 y 5,59 respectivamente.

También se encontró en menor proporción los ácidos grasos Palmítico, Palmítoleico y Araquidónico, con porcentajes de 4,33, 1,01 y 2,44 respectivamente. Obteniéndose en total

un 81,77% de ácidos grasos insaturados y 18,23% de saturados. Por otro lado, se puede observar la importancia de este aceite ya que presento ácidos grasos omegas (ω -9 y ω -6) en grandes proporciones tenemos el omega 9 como el ácido oleico con un porcentaje de (12,61%), omega 6 como el linoleico con un porcentaje de (60,12%) y Araquidónico ω -9 de (5,52%); estos omegas tienen propiedades excelentes ya que ayudan al tratamiento y prevención de enfermedades cardiovasculares.

A continuación se observan los espectros de masas de los ácidos grasos presentes en el aceite de Samanea saman y sus respectivas fragmentaciones.

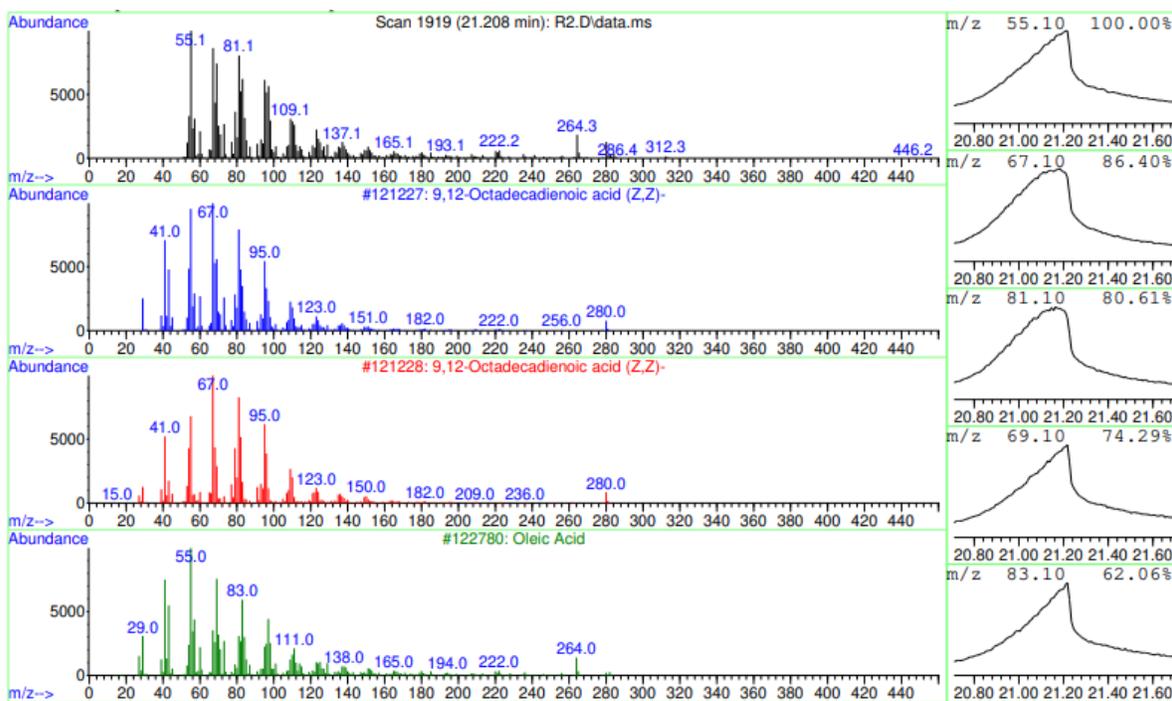


Figura 25. Espectro de masas del Ácido Oleico

Tabla 1. Fragmentaciones características del Ácido Oleico

ÁCIDO OLEICO	FRAGMENTOS	M/Z+
 <p>Formula: C₁₈H₃₄O₂ PESO MOLECULAR: 282,47 g/mol</p>		264
		98
		83
		55
		41

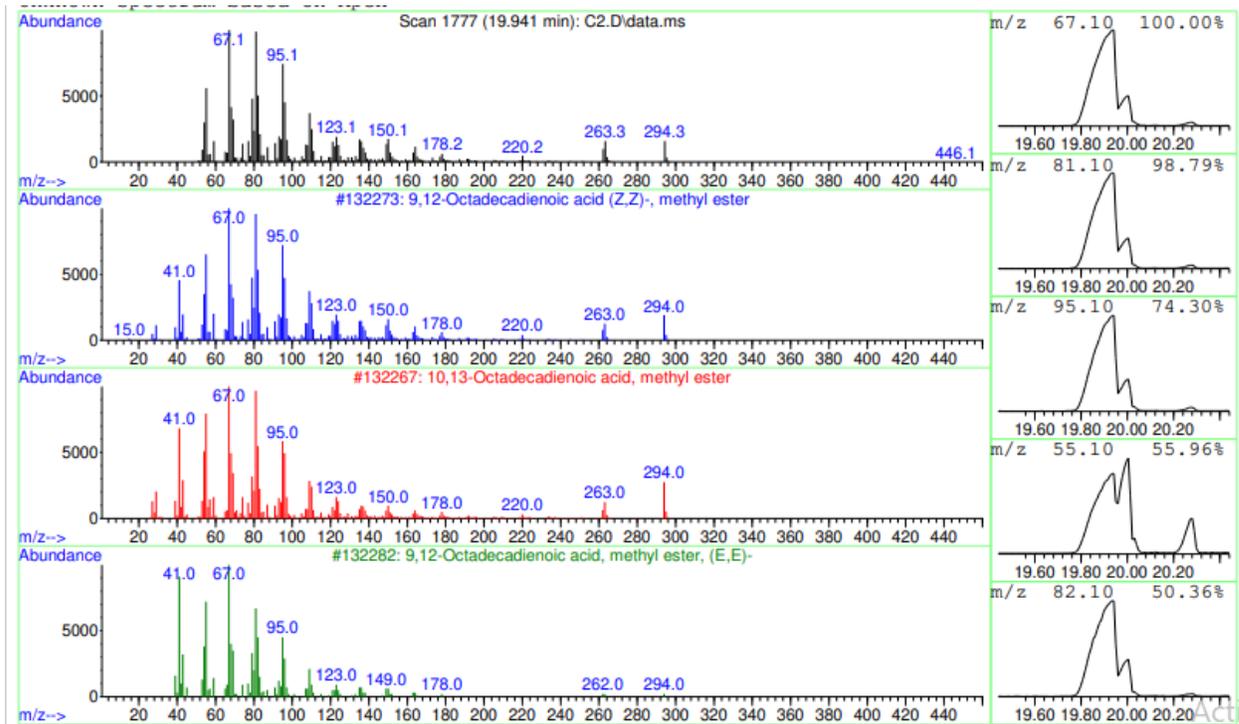
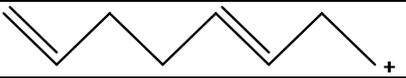
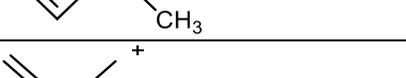


Figura 26. Espectro de masas del Ácido Linoleico

Tabla 2. Fragmentaciones características del Ácido Linoleico

ÁCIDO LINOLEICO	FRAGMENTOS	M/Z+
 <p>FORMULA: C₁₈H₃₂O₂ PESO MOLECULAR: 280,4472 g/mol</p>		109
		95
		81
		67
		55
		41

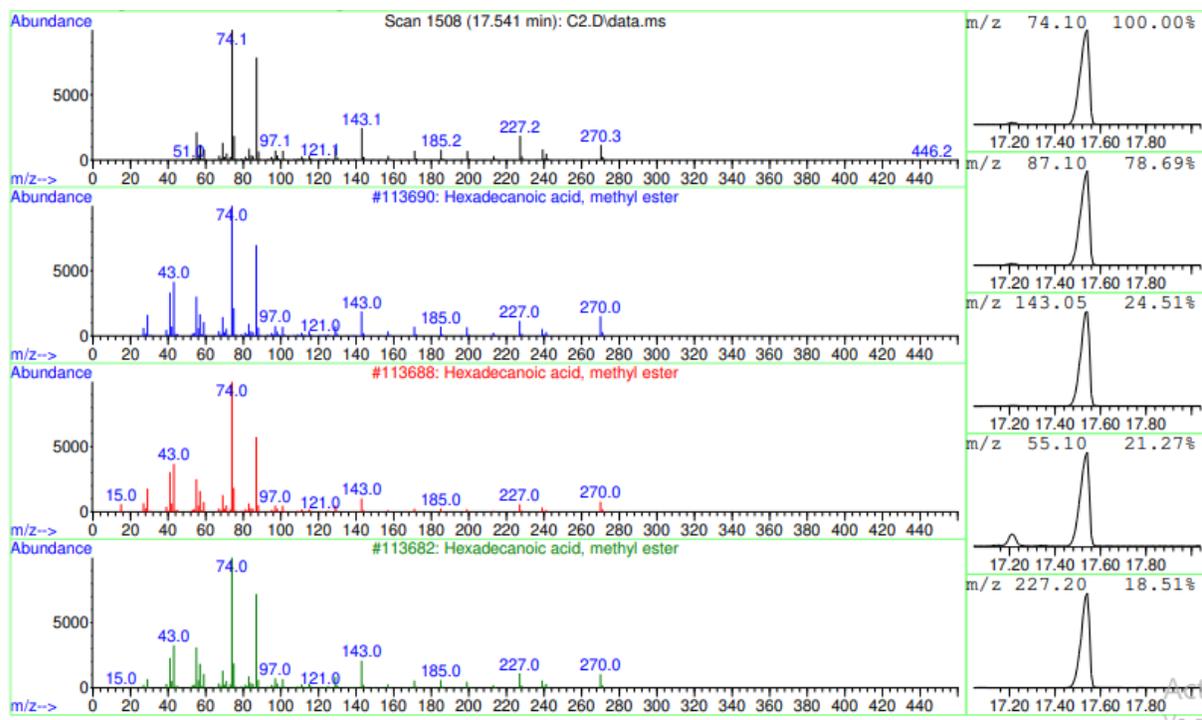


Figura 27. Espectro de masas del Ácido Palmítico

Tabla 3. Fragmentaciones características del Ácido Palmítico

ÁCIDO PALMÍTICO	FRAGMENTOS	M/Z+
<p>PM = 256</p>		213
		129
		73
		60
		43

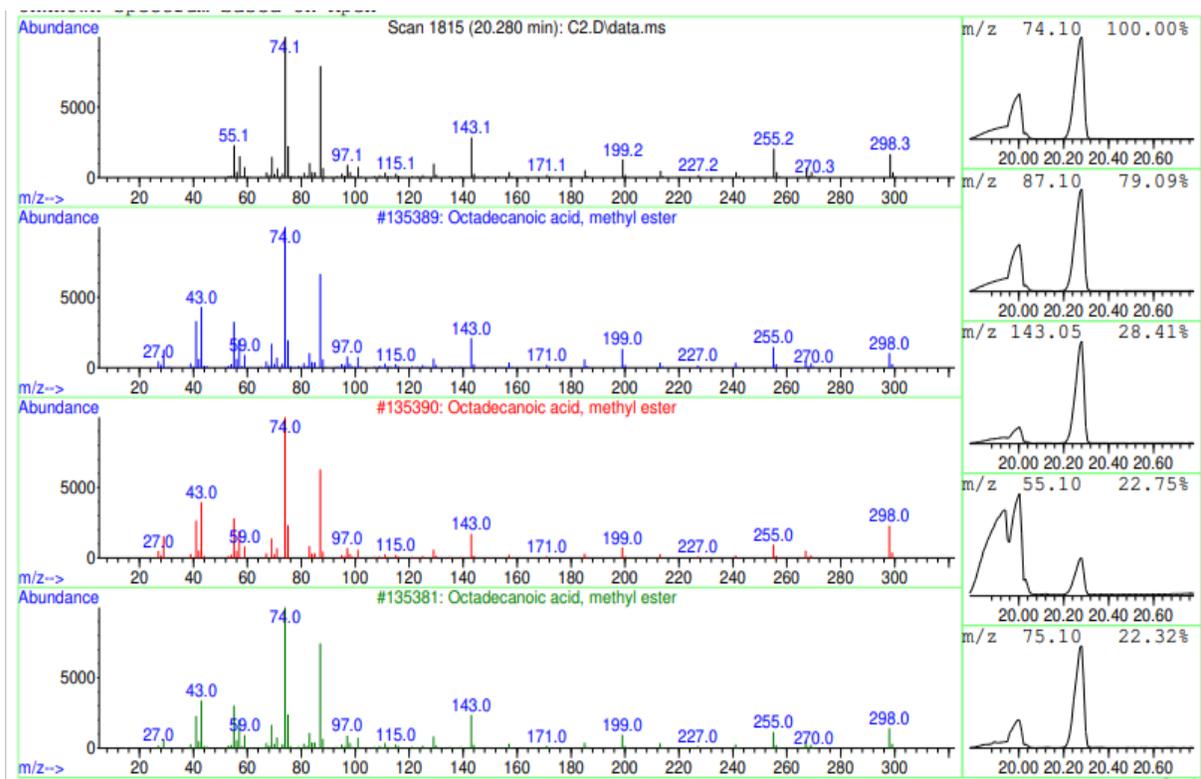
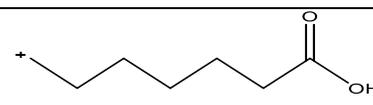
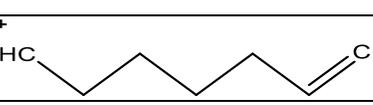
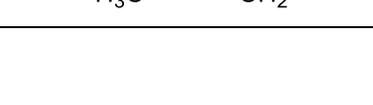


Figura 28. Espectro de masas del Ácido Esteárico

Tabla 4. Fragmentaciones características del Ácido Esteárico

ÁCIDO ESTEÁRICO	FRAGMENTOS	M/Z+
 <p>PM = 284</p>		129
		97
		85
		55
		43

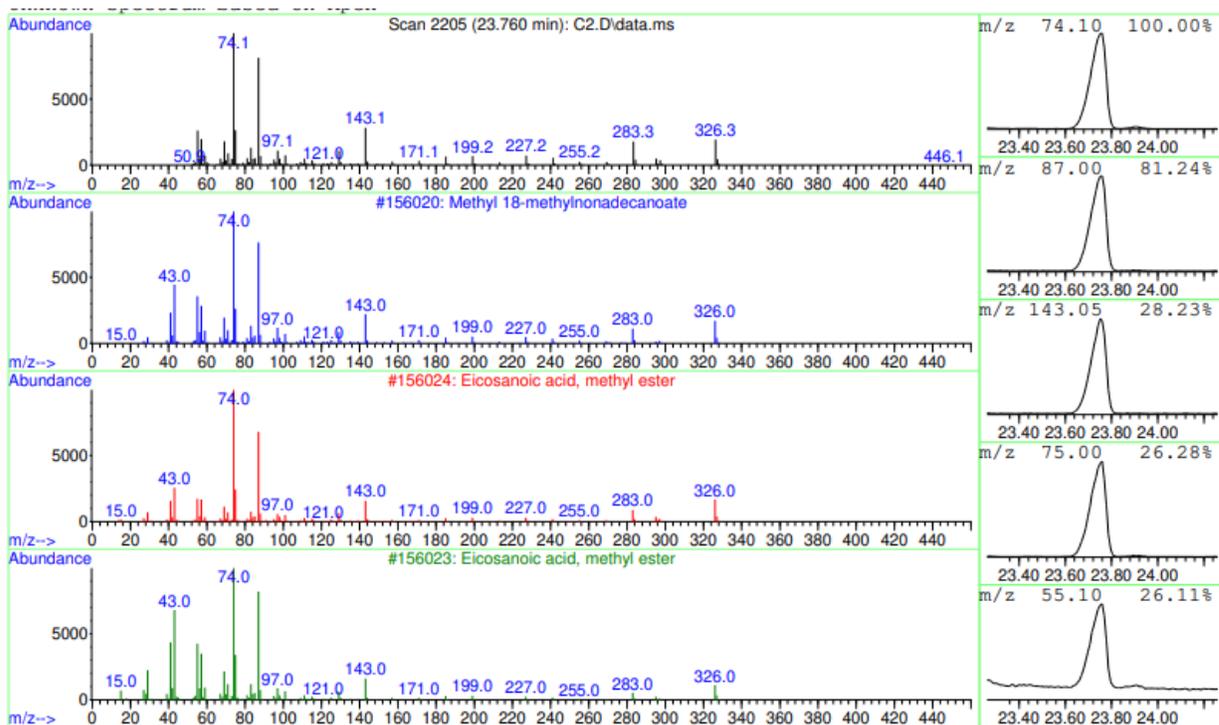
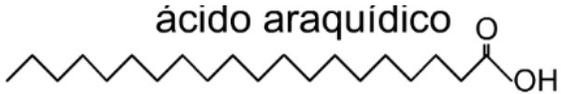
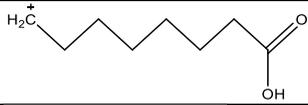
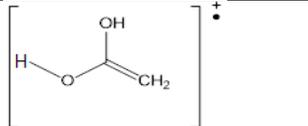
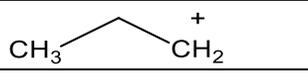
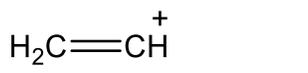


Figura 29. Espectro de masas del Ácido Araquidico

Tabla 5. Fragmentaciones características del Ácido Araquídico

ÁCIDO ARAQUÍDICO	FRAGMENTOS	M/Z+
<p style="text-align: center;">ácido araquídico</p>  <p>Formula molecular: C₂₀H₄₀O₂ Peso molecular: 312.5304</p>		143
		60
		43
		27

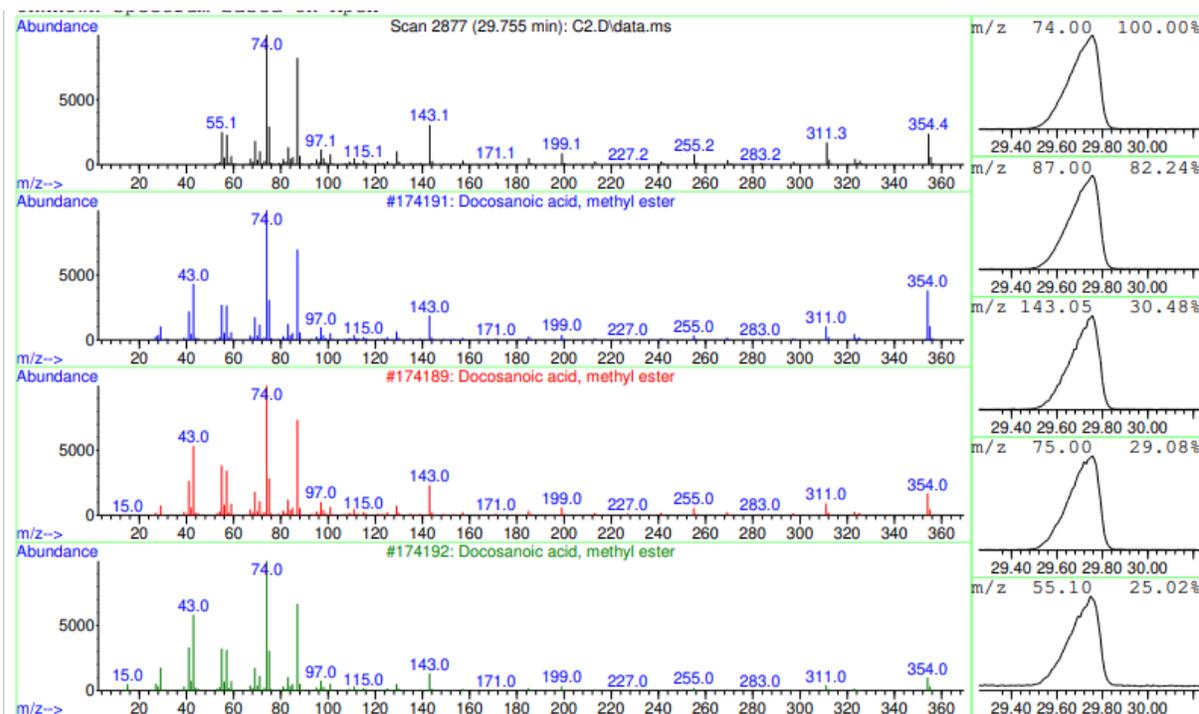
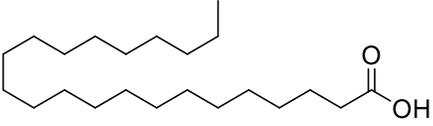
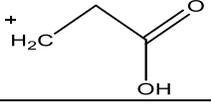
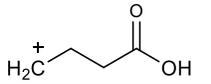
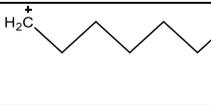
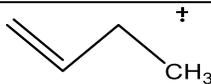


Figura 30. Espectro de masas del Ácido Behénico

Tabla 6. Fragmentaciones características del Ácido Behénico

ÁCIDO BEHENICO	FRAGMENTOS	M/Z+
 <p>Formula molecular: C₂₂H₄₄O₂ Peso molecular: 340</p>		74
		87
		143
		55

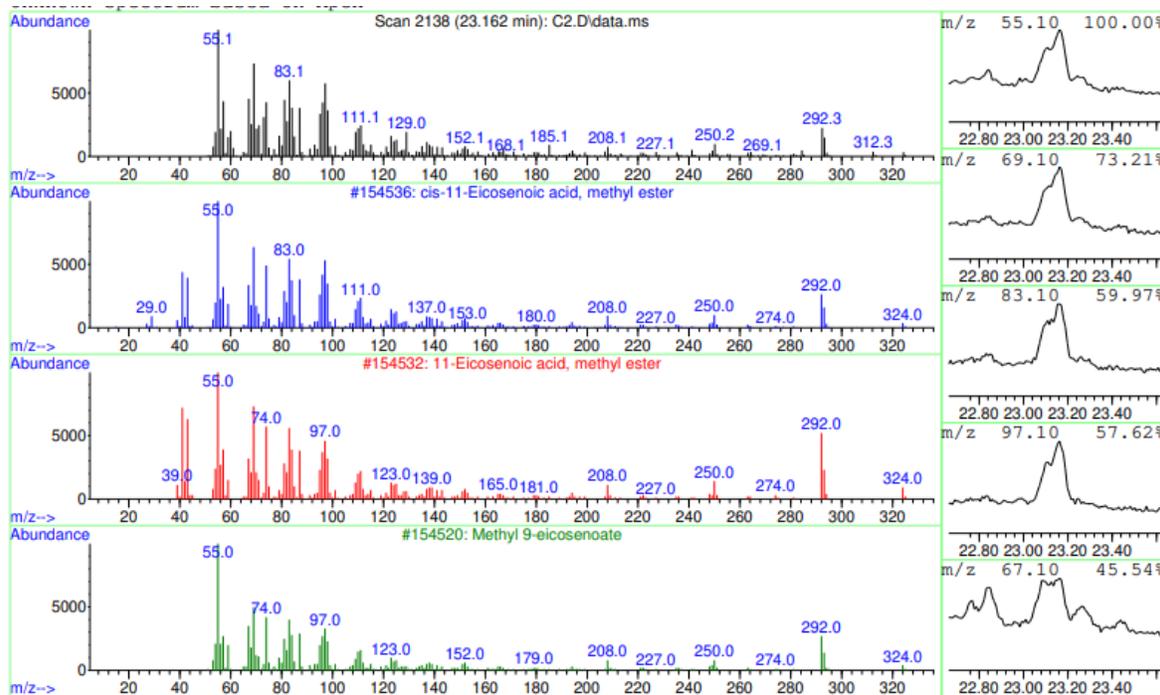
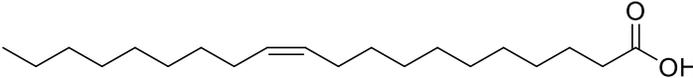
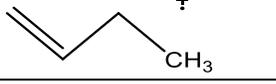
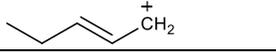
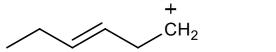
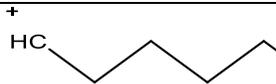
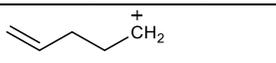


Figura 31. Espectro de masas del Ácido Araquidónico

Tabla 26. Fragmentaciones características del Ácido Behénico

ÁCIDO ARAQUIDÓNICO	FRAGMENTOS	M/Z+
 <p>Formula molecular: C₂₀H₃₈O₂ Peso molecular: 310,12</p>		55
		69
		83
		97
		67

5.3. ANÁLISIS BROMATOLÓGICOS DE LAS HARINAS RESIDUALES POR SOLVENTE DE *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

A continuación, se presentarán los resultados obtenidos de los análisis proximales o bromatológicos realizados a las harinas residuales derivadas de la extracción de aceite por el método de solvente de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

5.3.1. CONTENIDO DE HUMEDAD

En las Tablas 32, 33 y 34 se muestran los resultados de contenido de humedad realizados a las harinas residuales de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

Tabla 32. Contenido de Humedad de la harina residual de *Samanea saman*.

Variables	W(g) muestra húmeda de la torta	W(g) muestra seca de la torta	Humedad (%)	Referencia
Muestra 1	2,0239	1,956	3,35	-
Muestra 2	2,0149	1,921	4,66	-
Muestra 3	2,0242	1,950	3,66	-
Promedio (\bar{x})	-	-	3.89	9,20
Desviación (s)	-	-	± 0.55	-

Ref. (Uzoukw *et al.*, 2020)

La Tabla 32, contiene el resultado obtenido para el contenido de humedad de la harina residual de *Samanea saman* el cual fue de $3,89\% \pm (0,55)$, se comparó este valor con el reportado por Uzoukw *et al.*, (2020) el cual fue de 9,20 % de humedad para la torta de las semillas de *Samanea saman* obtenida del prensado, evidenciando una significativa diferencia entre ambos valores, lo cual puede ser debido a que en este trabajo se utilizó fue la harina residual obtenida del método de extracción por solvente y no la torta del prensado, siendo así menor el porcentaje de humedad para la harina residual.

5.3.2. CONTENIDO DE CENIZAS

En las siguientes Tablas 35, 36 y 37 se observan los resultados obtenidos para el contenido de cenizas de las harinas residuales derivadas de la extracción de aceites por el método de solvente de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*.

Tabla 35. Contenido de cenizas de la harina residual por solvente de *Samanea saman*.

Variables	W(g) muestra seca	W(g) muestra calcinada	Cenizas (%)	CODEX STAN 174-1989	Referencia
Muestra 1	2,0002	0,0534	2,66	-	-
Muestra 2	2,0075	0,0411	2,04	-	-
Muestra 3	2,0070	0,0409	2,03	-	-
Promedio (\bar{x})	-	-	2,25	< 10%	2,6
Desviación(s)	-	-	$\pm 0,29$	-	-

Ref. (Uzoukw *et al.*, 2020)

La Tabla 35, contiene el resultado del contenido de cenizas de la harina residual de *Samanea saman* el cual fue de $2,25\% \pm (0,29)$, se hizo una comparación con el resultado reportado por Uzoukw *et al.*, (2020) que fue de 2,6% se observa que los valores son similares, indicando un menor contenido de minerales y sales presentes. También se puede evidenciar que ambos resultados se encuentran dentro del rango permitido por la norma CODEX cuyo valor máximo permitido es menor al 10% para su uso en la alimentación de animales.

6. CONCLUSIONES

Después de realizar las extracciones de aceites por el método de solvente de los aceites de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, se evidenció altos valores en porcentaje de rendimiento para todas las materias primas en estudio que fueron comparados con reportados en la literatura, sin embargo, se destacó un incremento en los ácidos grasos insaturados aproximadamente el doble de los saturados en todos los casos, siendo esta característica importante para la industria de combustibles.

Los parámetros de calidad realizados a los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* como Índices de acidez, peróxido y yodo, indican que los aceites no pueden ser utilizados en la alimentación humana porque no están dentro del rango de la norma CODEX para su uso en la alimentación, pero si son favorables en la industria cosmética, pinturas y de combustibles.

El análisis cromatográfico del aceite de *Samanea saman* presentó en mayor proporción los ácidos grasos Oleico, Linoleico, Behénico, Esteárico y Araquídico, se encontró en menor proporción los ácidos grasos Palmítico, Palmítoleico y Araquidónico. El aceite de *Quercus robur* presentó en mayor proporción los ácidos grasos Palmítico, Esteárico, Oleico, Linoleico y Araquídico, en menor proporción los ácidos grasos Mirístico, Palmítoleico, Behénico, Araquidónico y Heptadecanoico. El aceite de *Tectona grandis* presentó en mayor proporción los ácidos grasos Oleico y Linoleico, en menor proporción los ácidos grasos Laurico, Mirístico, Palmítico y Esteárico. Los tres aceites en estudio presentaron excelentes porcentajes de ácidos grasos insaturados indicando que pueden ser buena fuente para la producción de biodiesel.

El análisis bromatológico realizado a las harinas residuales obtenidas por el método de solvente de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, presentaron altos contenidos de proteínas, grasas y cenizas para ambas materias primas, lo cual provee un alto valor nutricional que puede ser aprovechado como fuente alimenticia para el desarrollo y crecimiento de animales, además, permite ayudar a la región disminuyendo los costos de alimentación de bovinos siendo una fuente directa de ingresos adicionales.

El análisis químico realizado a las maderas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* evidenciaron altos contenidos de Lignina, Celulosa, Holocelulosa y Hemicelulosa, estas características son favorables ya que determinan la estabilidad y rigidez de las maderas, además, facilitan los procesos de producción de papel a partir de las fibras vegetales de estas especies.

6. RECOMENDACIONES

Realizar un proceso de desintoxicación a las harinas residuales teniendo en cuenta la evaluación de compuestos tóxicos y nutricionales que permiten aprovechar estas materias primas en la industria alimenticia especialmente de animales ya que contiene nutrientes que ayudan en su desarrollo y crecimiento.

Promover investigaciones sobre el contenido nutricional de las semillas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* con fines alimenticios debido a los favorables contenidos nutricionales encontrados y que pueden ser implementado en concentrados de animales.

Ampliar las investigaciones sobre los análisis farmacológicos a los aceites de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis* por su mayor composición de ácidos grasos insaturados que pueden ser benéficos para prevenir diferentes tipos de enfermedades cardiovasculares.

Por último, incentivar la investigación sobre las propiedades químicas de las maderas de *Samanea saman*, *Quercus robur* y *Tectona grandis*, ya que se ha demostrado que tienen excelentes propiedades para su uso en la industria de papel, entre otras.

7. BIBLIOGRAFIA

- Products, P. (2008). Standard Test Method for Corrosiveness to Copper from Petroleum Products by Copper Strip Test 1. *Annual Book of ASTM Standards*.
- Romero, C. (2005). Extracción del aceite de la semilla de neem (*Azadirachta indica*) Extraction of oil from the neem seed (*Azadirachta indica*). Scientific Journal from the Experimental Faculty of Sciences: 13 (4) 650 - 662
- Silitonga, A. S., Ong, H. C., Mahlia, T. M. I., Masjuki, H. H., & Chong, W. T. (2013). Characterization and production of Ceiba pentandra biodiesel and its blends. *Fuel*: 128 (3) 755 - 758
- Sivakumar, P., Sindhanaiselvan, S., Gandhi, N. N., Devi, S. S., & Renganathan, S. (2013). Optimization and kinetic studies on biodiesel production from underutilized *Ceiba pentandra* oil. *Fuel*. 63 (3) 693 – 698.
- Trading, Z. G. (2017). Obtención y caracterización fisicoquímica del aceite de las semillas del mate (*Crescentia cujete* L). Cumbres: 3 (1) 93-99.
- ASTM D 1103-60 (1977). Método estándar para determinar Alfa-celulosa en la madera.
- ASTM D 1105-56 (1977). Método estándar para determinar Extraíbles en la madera.
- Umarí, T., Chávez, E. T., & Laura, M. I. M. (2002). Extracción y caracterización del aceite de semillas vegetales. Scientific Journal from the Experimental Faculty of Sciences: 58 (3) 115 - 124
- Walia, Y. K., Kishore, K., Vasu, D., & Gupta, D. K. (2009). Physico-chemical analysis of Ceiba pentandra (Kapok). *Materials today*: 1 (2) 15 - 18
- Agbogidi, O., Dolor, E., y Okechukwu, E. (2006). Evaluation of *Tectona grandis* (Linn.) and *Gmelina arborea* (Roxb.) for Phytoremediation in Crude Oil Contaminated Soils. *Agriculturae Conspectus Scientificus*. 72 (2) 149- 152.
- Ajeesh, C., Vidyasagan, K., y Kumar, V. (2014). Impact of Seed Weight On Germination Parameters Of *Calophyllum Inophyllum* L.: A Potential Biodiesel Tree Species Of

- Coastal Region. *The Bioscar*: 9 (3) 1087 – 1091.
- Alabi, K. and Oyeku, T. (2017). The Chemical Constituents Extractable From Teak Tree (*Tectona Grandis* Linn.) obtained from fountain University, Osogbo: 1(25), 73-80.
- Adekunle, A. (2021). Evaluación paramétrica cinética no isotérmica de *Tectona grandis* utilizando métodos de ajuste para modelos. *Materials today*: 12 (23) 113- 130
- Songnan, L. (2015). Nutrient composition and starch characteristics of *Quercus glandulifera* BL. Seed from china. *Food chemistry*: 6 (15) 185 - 371
- Pawel, G. (2019). Sustainable Valorization of Oak Acorns as a Potencial Source of Oil Rich in Bioactive Compounds. *Process Safety and Enviromental Protection*: 128 (2) 244 – 255.
- Chandra, S. et al., (2021). Rain tree (*Samanea saman*) seed oil: Solvent Extraction, Optimization and Characterization. *Journal of Bioproducts*: 6 (3) 254 – 265.
- Ojeda, A. Barroso, J. et al., (2012). Chemical composition in vitro gas production and astringency in the foliage of *Samanea saman* (Jacq). *Pastos y Forrajes*: 35(2), 205-217
- Tenorio, C. Moya, R. et al., (2016). Estudio de propiedades de la madera de seis especies nativas en plantaciones de Costa rica. *Bosque*: 37 (1) 71 – 84.
- Bachheti, R., Sharma, A., Rai, I., Joshi, A y Mamgain, R. (2012). Fatty acid composition and elemental analysis. *International Journal of ChemTech Research*: 4 (3) 1119- 1123
- Calderón, L. & ZURITA, T. (2019). Caracterización del Aceite Obtenido de Semillas de *Tectona Grandis* de Origen Ecuatoriano. Programa de Química y Farmacia. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad de Guayaquil.
- Blanco-Flórez, J., P. Fernando-Trugilho, J. Tarcisio-Lima, P.R. Gherardi-Hein y J.R. Moreira da Silva. 2014. Caracterización de la madera joven de *Tectona grandis* L. f. plantada en Brasil. *Madera y Bosques* 20(1):11-20
- CODEX STAN 19-1981. Norma Para Grasas Y Aceites Comestibles No Regulados Por Normas Individuales.

- Lafont, J., Páez, M., Espitia, A. (2019). Estudio Físicoquímico del Aceite y Análisis Proximal de la Torta de Semillas Oleaginosas nativas de Córdoba-Colombia. *Información tecnológica*: 30 (4) 85 - 92
- Lafont, J., Páez, M., & Portacio, A. (2011). Extracción y Caracterización Físicoquímica del Aceite de la Semilla (Almendra) del Marañón (*Anacardium occidentale* L). *Información tecnológica*: 22 (1) 51 - 58
- Norma Colombiana ICONTEC 218. (1999). Método de determinación del índice de acidez. Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Grasa y aceites Santa Fe de Bogotá.
- Norma colombiana ICONTEC N.283. (1969). Método de determinación del Índice de Yodo, Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Grasas y Aceites. Santa Fe de Bogotá.
- Norma Técnica Colombiana ICONTEC N 668. (1973). Determinación del contenido de grasa y fibra cruda. Método Gravimétrico, Instituto Colombiano de Normas Técnicas, Grasas y aceites Santa Fe de Bogotá.
- Bautista, R. et al., (2006). Composición Química de la Madera de Cuatro Especies del Género *Quercus*. *Ciencia Forestal*: 30 (98), 25-49.
- Uzoukwu, A. et al., (2020). The Anti – Nutritional and Proximate Composition of Rain Tree (*Samanea saman*) Pod Samples. *Agriculture and Food Sciences Research*: 7(1): 28-37.
- Rath, S. et al., (2014). Evaluation of Processed Rain Tree (*Samanea saman*) Pod Meal as a Non-Conventional Ingredient in the Diet of Catla Catcha Fry. *Animal Nutrition and Feed Technology*: 7 (2) 323 – 332.
- Vega, A. Lopez, L. et al., (2019). Estudio de Químico de la Madera del Árbol *Tectona grandis*. *Ciencia Forestal*. 3 (9) 1- 14
- Buthada, P.R & hadhav,A.J., 2016. Solvent assisted extraction of oil from *Moringa oleifera*. Seeds. *Ind. Crop. Prod.* 82, 74- 80
- Aguinsaca, F. Rey, J. Jaramillo, A. Luzon, C. Jumbo, N. (2019). Caracterización química de cinco especies forestales en el sur de Ecuador. *Bosques Latitud Cero*. 9 (1) 110-118.

Honorato, J. Hernández, A. Hidalgo, F. (2015). Principales Componentes Químicos de la Madera de *Ceiba pentandra*, *Hevea brasiliensis* y *Chroma pyramidae*. Maderas y Bosques. 21 (2) 131 – 146

Bernabé, S. Avila, L. Rutiaga, J. (2013). Componentes Químicos de la Madera de Cinco Especies de Pino del Municipio de Morelia, Michoacan. Madera y Bosques. 19 (2) 21 - 35