



UNIVERSIDAD DE SONORA

Escuela de Ciencias Químicas

**OBTENCION DE ALCOHOLES GRASOS CIS MONOINSATURADOS POR
SAPONIFICACION ACUOSA DE NaOH A PARTIR DEL ACEITE DE JOJOBA**

Investigación Tecnológica

Que para obtener el Título de

QUIMICO

Presenta

María Magdalena González Agramón

CENTRO DE INVESTIGACIONES CIENTIFICAS Y TECNOLOGICAS

Hermosillo, Sonora

Diciembre de 1978

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

INDICE

	Pag.
LISTA DE TABLAS	vi
LISTA DE ILUSTRACIONES	vii
OBJETIVO	viii
RESUMEN	ix
INTRODUCCION	1
ANTECEDENTES	2
La Planta de Jojoba	2
Jojoba como Fuente de Aceite	4
Propiedades Físicas y Químicas del Aceite.	7
Usos Potenciales del Aceite	11
Aceite como Fuente de Alcoholes y Acidos.	12
Métodos Estudiados para la Obtención de Alcoholes.	14
MATERIALES Y METODOS	20
Materia Prima Utilizada.	20
Saponificación Directa con NaOH Acuoso	20
Separación de los Alcoholes, Producto de la Saponificación	22
Remoción de Trazas de Jabones.	22
Obtención de los Alcoholes Libres de Solvente	23
Caracterización e Identificación de los Alcoholes Obtenidos.	23

INDICE -- Continuación

	Pag.
OBSERVACIONES Y RESULTADOS	26
Características de la Materia Prima	26
Establecimiento de las Condiciones de Saponificación	26
Alcali y Concentración	26
Tiempo y Temperatura	33
Elección del Solvente para la Extracción de Alcoholes	39
Remoción de Trazas de Jabones	40
Eliminación del Solvente.	41
Caracterización y Comparación de los Alcoholes Obtenidos	41
RECOMENDACIONES	45
BIBLIOGRAFIA	47

LISTA DE TABLAS

Tabla		Pag.
1.	Alcoholes y Acidos Grasos Encontrados en el Aceite de Jojoba	6
2.	Composición del Aceite de Jojoba Obtenida por Cromatografía de Gases	8
3.	Diferentes Esteres Analizados del Aceite de Jojoba Determinados por Cromatogra- fía y Espectrofotometría de Masa	9
4.	Propiedades Físicas y Químicas del Aceite de Jojoba	10
5.	Indices de Saponificación y Materia Insaponi- ficable para Alcoholes Obtenidos por Saponificación del Aceite de Jojoba con KOH y NaOH a Diferentes Concentraciones ..	31
6.	Indices de Saponificación de Alcoholes Obtenidos del Aceite de Jojoba por Saponificación Acuosa de NaOH al 76% en peso.	36
7.	Características Químicas de los Alcoholes Extraídos del Producto de Saponificación del Aceite de Jojoba con Eter Etílico y Hexano	43

LISTA DE ILUSTRACIONES

Figura		Pag.
1.	Productos Obtenidos a Partir de Jojoba	13
2.	Diagrama de la Obtención de Alcoholes Grasos a Partir del Aceite de Jojoba	25
3.	Espectro de Infrarrojo para Alcoholes Obtenidos de una Muestra de Aceite de Jojoba Parcialmente Saponificado	33
4.	Espectro de Infrarrojo para una Muestra de Aceite de Jojoba sin Saponificar	35
5.	Espectro de Infrarrojo para Alcoholes Obtenidos de una Muestra de Aceite de Jojoba Totalmente Saponificada	38

OBJETIVO

El aceite de jojoba, es una cera líquida que presenta características únicas y especiales. Comparado con los aceites vegetales comunes, es más resistente a la rancidez, oxidación y a la mayoría de los cambios químicos normales. Debido a su estabilidad y a su alto peso molecular, hasta la fecha se ha considerado un aceite muy resistente a la saponificación directa. Así pues, los métodos que se han desarrollado para la obtención de alcoholes y ácidos grasos provenientes del aceite de jojoba, involucran métodos tardados, caros y sofisticados.

El propósito principal de esta investigación, es tratar de mostrar que el aceite de jojoba puede ser saponificado directamente con una solución acuosa de álcali, con el fin de obtener los alcoholes. Si ésto se logra, se busca también establecer las condiciones de saponificación, así como separar los alcoholes del producto resultante de la saponificación, cuantificarlos y caracterizarlos.

RESUMEN

El desarrollo de éste método para la obtención de alcoholes grasos a partir del aceite de jojoba, involucra una saponificación directa del aceite con una solución acuosa de NaOH al 76% en peso, aplicando agitación y temperatura constante.

El producto obtenido de esta saponificación, consiste de sales de sodio de ácidos grasos y alcoholes grasos; donde ambos se encuentran perfectamente mezclados. Los alcoholes son separados mediante una extracción por solventes, en un soxhlet. La mezcla obtenida de esta separación (alcoholes en su mayoría con rastros de jabones), es eluida a través de una columna empacada con silica gel, con el fin de eliminar los rastros de jabones arrastrados en la extracción. Finalmente se evapora el solvente para obtener los alcoholes libres.

Se obtuvieron alcoholes grasos con un rendimiento que varió del 43 al 45% en peso. Además, estos alcoholes presentaron características químicas tales como: Índice de Iodo, 83; Índice de Saponificación, 1.1; Índice de Acidez, 0.07%; Índice de Oxhidrilo, 5.6%; y Materia Insaponificable, 98%. Estas características químicas muestran que el enlace etilénico no se afectó y que la saponificación se llevó a cabo totalmente. Los alcoholes obtenidos también se

analizaron por espectrofotometría de infrarrojo, comprobándose en los espectros resultantes su identidad.

Las características del producto obtenido por éste método, fueron comparadas con las de los productos obtenidos por otros métodos reportados por la bibliografía, resultando ser muy similares.

INTRODUCCION

El desarrollo tecnológico ha provocado la necesidad de buscar nuevas fuentes para producir alcoholes grasos de cadena larga, tanto para productos terminados en la industria alimentaria, cosmética, minera y otras; así como en la elaboración de materias primas como resinas, plastificantes, surfactantes, antiespumantes, y otros.

Hasta hace poco tiempo, la producción de éstos alcoholes dependía únicamente de fuentes naturales, como son el aceite de coco, de babasú, de palma; de donde se obtenían por hidrogenación de sus ácidos grasos. Recientemente se han desarrollado otros métodos para la obtención de éstos alcoholes. Sin embargo, para la obtención de alcoholes de cadena larga, siempre se ha partido de otras fuentes como son la reducción de ácidos grasos o polimerización del etileno.

En el Desierto de Sonora se ha encontrado que existe una planta silvestre *Simmondsia chinensis* (jojoba), cuyas semillas son ricas en una cera líquida constituida esencialmente de esterés de alto peso molecular donde un ácido graso de cadena larga se encuentra esterificado a un alcohol graso, ambos monoinsaturados. Esto, constituye una fuente de obtención de alcoholes muy importante ya que pueden ser obtenidos en forma natural, sin tener que recurrir a un proceso más complicado. Además, el aceite de jojoba proviene de fuentes renovables y contiene a dichos alcoholes en un porcentaje bastante aceptable.

ANTECEDENTES

La Planta de Jojoba

La planta natural del desierto, jojoba (*Simmondsia chinensis* también conocida como *Simmondsia californica*), es nativa del Desierto de Sonora, en donde se desarrolla desde el norte de Guaymas, Son., recorre extensos tramos de la zona costera sobre el Mar de Cortéz, se orienta con el rumbo a Puerto Libertad para seguir al norte por Caborca y Sonoita hasta cruzar las fronteras con los Estados Unidos y, extenderse por el sur de Arizona y suroeste de California, para volver a entrar en la República Mexicana y recorrer la Península de Baja California por ambos litorales. No crece en forma silvestre en ninguna otra parte del mundo. En las regiones antes mencionadas, existe en forma densa y la mayoría de las veces aisladas. Esto sucede en una área de 100,000 km cuadrados de tierra árida, donde el suelo es usualmente infértil y la lluvia escasa.

Desde el punto de vista botánico, la jojoba es un arbusto que puede alcanzar 4.5 m de altura. Es de forma aplanada, de color verde grisáceo y sus hojas, con una consistencia de piel, están adaptadas para resistir el calor y lo árido del desierto, además tiene una raíz extensa y profunda que puede absorber toda la humedad disponible del

suelo, lo cual permite que las plantas de jojoba sobrevivan y crezcan donde la mayoría de las plantas se mueren.

El arbusto de jojoba, puede ser masculino o femenino. El arbusto femenino, produce flores que cuando son polinadas, se desarrollan en frutos. Generalmente, el polen y las flores femeninas se producen durante los últimos meses del invierno; y la fruta se desarrolla durante la primavera. Con el calor del verano, la fruta se seca; su cubierta se encoge y se pierde, dejando expuesta una nuez de color café del tamaño de una aceituna. En áreas de poca lluvia y suelos de poca fertilidad, las plantas de jojoba alcanzan de 0.6 a 1.2 m de altura; en áreas de mucha lluvia con suelos de media fertilidad, la altura puede alcanzar, y en ocasiones exceder a 10 m (16). En áreas costeras, la jojoba adquiere un hábito de crecimiento que es prácticamente rastrera, aunque la jojoba en áreas más adentradas son en general muy ramificadas y de forma hemisférica (4). Debido a esto, es fácil distinguir varios tipos de crecimiento en relación al número de brazos, así como la longitud y diámetro de los mismos. Esta variabilidad es también obvia en cuanto al tamaño, forma y color de sus hojas, número de flores por inflorescencia, secuencia de brotes, forma y tamaño de las nueces, fecha de floración y madurez de las nueces (13).

La producción de nueces de un arbusto individual, fluctúa ampliamente de arbusto a arbusto y de año con año.

Se ha llegado a observar una producción de 5 kg de nueces limpias y secas por arbusto (6).

La nuez de jojoba no atraviesa por un período de latencia y puede germinar inmediatamente después de la cosecha. La germinación se llevó a cabo a $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ en menos de una semana. Los brazos de jojoba y cortes de ellos, si se tratan con un fungicida y una hormona para la raíz, pueden producir raíces dentro de un período de ocho semanas, siempre y cuando se mantengan en cámaras de preparación, con rocío y a una temperatura de $25^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ (1).

Las nueces de jojoba, de color café rojizo y piel delgada, son ovoides y triloculares, llegando a pesar cada una 0.5 g (25). Estas nueces se han utilizado por mucho tiempo como alimento por los indígenas del Desierto de Sonora y también se han utilizado como medicina (5). La nuez de jojoba normalmente tiene un contenido de aceite que fluctúa entre el 42 y 60%. La producción de nueces y contenido de aceite están fuertemente influenciados por los factores ambientales (18).

Jojoba como fuente de Aceite

El aceite proveniente de la nuez de jojoba, no es aceite sino una cera líquida. Las grasas, incluyendo los aceites provenientes de las semillas de todas las plantas, son triglicéridos (una molécula de glicerol esterificada con ácidos grasos). Las ceras, como la de jojoba y el aceite de esperma, son esteres de un ácido graso de alto peso

molecular con un alcohol también de alto peso molecular. El aceite de jojoba es único entre los aceites vegetales, así como el aceite de esperma es único entre los aceites animales.

El aceite de jojoba, de color amarillento claro e inodoro, puede ser obtenido por los métodos de prensado y extracción por solventes usados comercialmente en la obtención de aceites vegetales.

El aceite de jojoba es una cera líquida poli-insaturada, que se obtiene de una fuente renovable. Químicamente el aceite de jojoba, está compuesto casi enteramente de esteres de alto peso molecular, ácidos monoetilénicos de cadena lineal y alcoholes monoetilénicos. Los ácidos insaturados son una mezcla de ácidos cis-11-eicosenoico (C_{20}) y cis-13-docosenoico (C_{22}), con pequeñas cantidades de oleico (C_{18}) y nervónico (C_{24}). Los alcoholes insaturados son una mezcla de alcoholes cis-11-eicosenol, cis-13-docosenol y cis-15-tetracosenol con pequeñas cantidades de alcoholes de bajo peso molecular (Tabla 1).

La posición convencional de la doble ligadura en una grasa natural o aceite, compuesta de ácidos de 18 carbonos, es Δ^9 (entre carbón 9 y carbón 10 de cada ácido graso), pero el aceite de jojoba la tiene en Δ^{11} y Δ^{13} de los alcoholes y ácidos. Esto es debido a la gran cantidad de carbonos en la cadena (C_{20} y C_{22}).

Tabla 1. Alcoholes y Acidos Grasos Encontrados en el Aceite de Jojoba.

enlaces y dobles enlaces			enlaces y dobles enlaces		
alcohol	%	ácido	%		%
14:0	Tetradecanol	Tr	12:0	Dodecanoico	Tr
16:0	Hexadecanol	0.1	14:0	Tetradecanoico	tr
17:1	Heptadec-8-enol	tr	15:0	Pentadecanoico	tr
18:0	Octadecanol	0.2	16:0	Hexadecanoico	1.2
18:1	Octadec-9-enol	0.7	16:1	Hexadec-9-enoico	0.2
18:1	Octadec-11-enol	0.4	16:1	Hexadec-7-enoico	0.1
20:0	Eicosanol	tr	17:1	Heptadecenoico	tr
20:1	Eicos-11-enol	43.8	18:0	Octadecanoico	0.1
21:1	Hencos-11-enol	tr	18:1	Octadec-9-enoico	10.1
22:0	Docosanol	1.0	18:1	Octadec-11-enoico	1.1
22:1	Docos-13-enol	44.9	18:2	Octadecadienoico	0.1
24:1	Tetracos-15-enol	8.9	18:3	Octadecatrienoico	tr
			19:1	Nonadienoico	tr
			20:0	Eicosanoico	0.1
			20:1	Eicos-11-enoico	71.3
			20:2	Eicosadienoico	tr
			22:0	Docosanoico	0.2
			22:1	Docos-13-enoico	13.6
			23:1	Tricosenoico	tr
			24:0	Tetracosanoico	tr
			24:1	Tetracos-15-enoico	1.3

Tomado de: Fuente (19).

El aceite de jojoba, químicamente, es más puro que la mayoría de los aceites naturales. El 97% son esterés de cadena larga (Tabla 2).

La pureza natural y su simplicidad natural, así como su estabilidad, hacen del aceite de jojoba un producto muy valioso. Además, otras propiedades que lo hacen valioso son: el no ser un aceite secante, tiene una resistencia tal a la oxidación que puede ser almacenado por varios años sin que presente rancidez; su capacidad de lubricante después de la sulfurización, su capacidad de ser usado como fuente de compuestos químicos de 20 y 22 átomos de carbono y sus insaturaciones que hacen de él un compuesto susceptible de ser hidrogenado. El aceite de jojoba también tiene un rango restringido en cuanto a la cantidad de esterés de cera respecto a su estructura. Más del 83% de los esterés presentes son combinaciones de ácidos y alcoholes de C_{20} y C_{22} (Tabla 3).

Propiedades Físicas y Químicas del Aceite

El aceite de jojoba es soluble en solventes orgánicos comunes como: benceno, eter de petróleo, cloroformo, tetracloruro de carbono y disulfuro de carbono; pero es inmiscible en alcohol y acetona. Algunas de las propiedades físicas y químicas del aceite se presentan en la Tabla 4.

La densidad, viscosidad, índice de refracción, constante dieléctrica y conductividad han sido medidas en un amplio rango de temperatura (22). El alto índice de

Tabla 2. Composición del Aceite de Jojoba
Obtenida por Cromatografía de Ga
ses.

esteres del aceite	%	alcoholes libres	%		%
C-33	0.02	C-16	0.01	Composterol	0.05
C-34	0.08	C-18	0.04	Estigmasterol	10.08
C-35	0.04	C-20	0.49	Sitosterol	0.21
C-36	1.16	C-22	0.49	otros	0.52
C-37	0.02	C-24	0.07		
C-38	6.23	C-26	0.01		
C-39	0.04		<u>1.11</u>		
C-40	30.56				
C-41	0.10	ácidos			
C-42	49.50	libres	%		
C-43	0.06				
C-44	8.12	C-16	0.08		
C-45	0.03	C-18	0.23		
C-46	0.86	C-19	0.01		
C-48	0.16	C-20	0.60		
C-50	0.06	C-21	0.03		
	<u>97.05</u>	C-22	0.03		
		C-24	0.02		
			<u>1.00</u>		

Tomado de: Fuente (14).

Tabla 3. Diferentes Esteres Analizados del Aceite de Jojoba Determinados por Cromatografía y Espectrofotometría de Masa.

esteres	número de carbonos	%
Octadecenil Hexadecanoato	C-34	0.1
Eicosenil Hexadecanoato	C-36	1.1
Octadecenil Octadecanoato	C-36	0.3
Eicosenil Octadecenoato	C-38	5.9
Octadecenil Eicosenoato	C-38	1.0
Eicosenil Eicosenoato	C-40	30.9
Docosenil Eicosenoato	C-42	43.9
Eicosenil Docosenoato	C-42	7.6
Tetracosenil Eicosenoato	C-44	6.2
Docosenil Docosenoato	C-44	1.8
Eicosenil Tetracosenoato	C-44	0.8
Tetracosenil Docosenoato	C-46	0.9
Tetracosenil Tetracosenoato	C-48	0.2
Hexacosenil Tetracosenoato	C-50	tr

Tomado de: Fuente (16).

Tabla 4. 'Propiedades Físicas y Químicas del Aceite de Jojoba.

propiedades	unidades
Punto de Congelación	10.6—7.0°C
Punto de Fusión	6.8—7.0°C
Punto de Ebullición 757 mm Hg	398°C
Punto de Humeo	195°C
Punto de Flama	295°C
Punto de Ignición	338°C
Constante Dieléctrica 27°C	2.680
Conductividad Específica 27°C	8.86 x 10 ⁻¹³ MHO/cm
Gravedad Específica 25°C	0.860
Indice de Refracción 25°C	1.4650
Indice de Iodo	82
Indice de Saponificación	92
Valor de Acido	2
Valor de Acetilo	2
Viscosidad	37 CP
Materia Insaponificable	51%
Peso Molecular de los Esteres Céridos	606

Tomado de: Fuente (13).

viscosidad del aceite, sus altos puntos de flama e ignición, su baja constante dieléctrica y su alta pureza son propiedades claves para usos industriales selectos.

Usos Potenciales del Aceite

El aceite y las ceras son usadas en muchas industrias en una amplia variedad de aplicaciones. El principal uso del aceite de esperma ha sido en lubricantes debido a su resistencia a altas presiones. El aceite de jojoba ha demostrado que puede duplicar las propiedades lubricantes del aceite de esperma. Muchas otras pruebas demuestran que tiene un gran uso potencial en otras industrias como en las de pieles, de cosméticos (20), textiles y en la producción de penicilina y otros antibióticos (17).

El aceite de jojoba puede ser hidrogenado, bajo condiciones relativamente suaves, para producir una cera sólida blanca y cristalina (24). La cera sólida es muy parecida a espermacety, a la cera de carnauba y a la cera de abejas, en cuanto a estructura química y propiedades. Además esta cera así obtenida tiene un alto punto de fusión de 70°C y una dureza que se aproxima a la de carnauba la cual, debido a esta propiedad ha llegado a ser la más importante.

El aceite de jojoba puede hacerse reaccionar con azufre para dar un producto estable, que podría servir muy bien como lubricante o como aditivo para lubricantes (23). La composición y propiedades físicas del aceite de jojoba son tan cercanas a las del aceite de esperma, que sugieren el

uso del aceite de jojoba como un sustituto para la mayoría de los usos del aceite de esperma (2).

El aceite de jojoba tiene algunas ventajas sobre el producto similar del esperma de ballena: tiene un olor menos fuerte y más agradable, no contiene glicéridos, requiere de poco o nada de refinación en su preparación para propósitos de lubricación y es un producto vegetal que puede ser producido en países con pocos recursos.

Aceite como Fuente de Ácidos y Alcoholes

El aceite proveniente de las nueces de jojoba puede llegar a ser una fuente importante de alcoholes y ácidos monoinsaturados de cadena lineal. No existen otras fuentes renovables para estos ácidos y alcoholes. En el aceite de jojoba, éstos están presentes en una concentración relativamente alta, además, de que pueden ser aislados casi sin contaminación de cualquier impureza. Estos compuestos pueden ser usados en la elaboración de muchos productos (Figura 1).

Como se dijo antes el aceite de jojoba es único en el sentido de que es una cera líquida, en lugar de los aceites glicéridos usualmente encontrados en materiales vegetales y también único en el sentido de que es una fuente excelente de ácidos y alcoholes monoinsaturados de cadena lineal (C_{20} y C_{22}). Estos componentes monoetilénicos de cadena lineal están presentes como ésteres y comprenden el 93% de los ésteres del aceite de jojoba. De éstos, el 45% son ácidos y

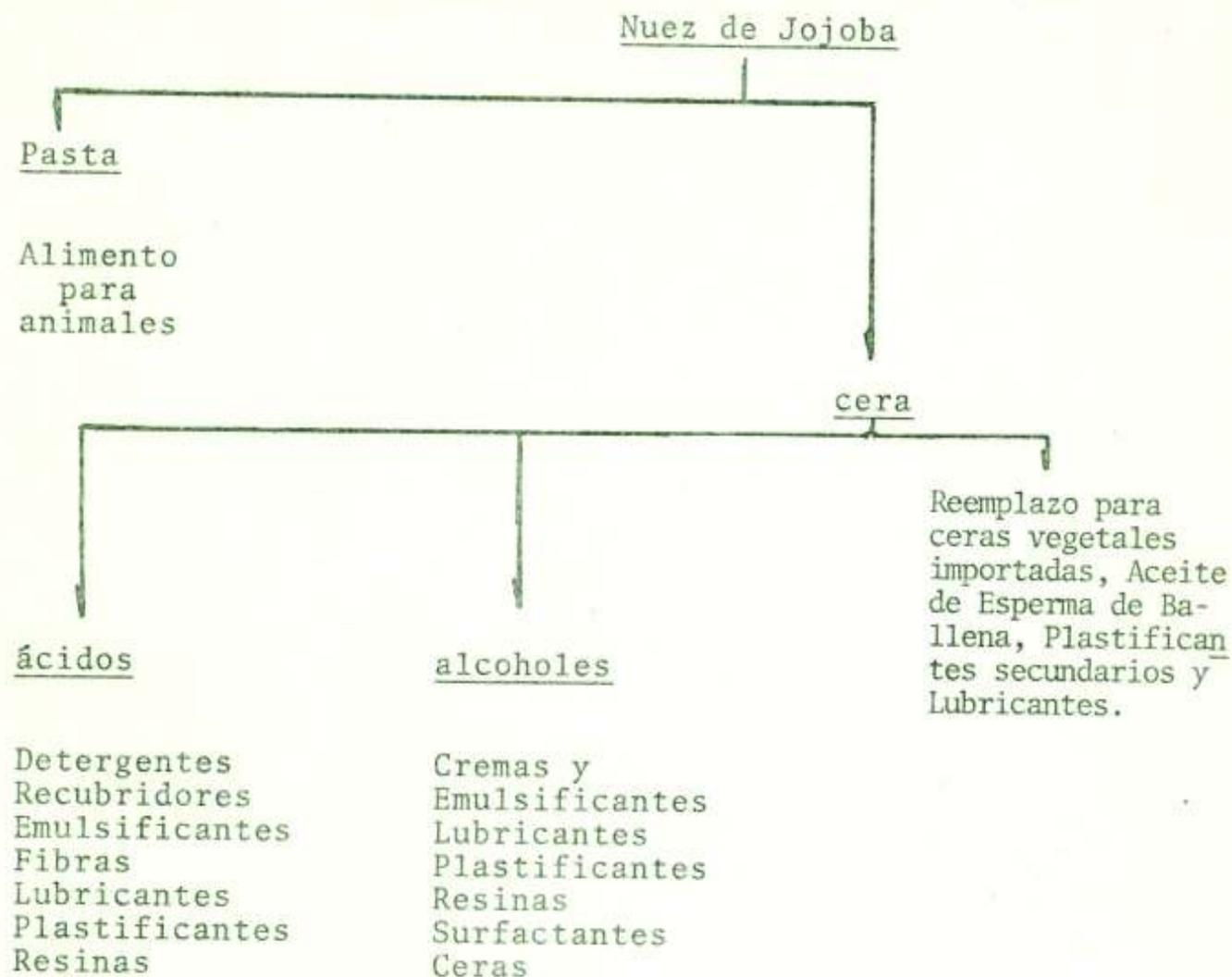


Figura 1. Productos Obtenidos a Partir de Jojoba.

Tomado de: Fuente(8).

alcoholes de C_{20} (eicosenoico y eicosenol), y el 48% son ácidos y alcoholes de C_{22} (docosenoico y docosenol).

Métodos Estudiados para la Obtención de Alcoholes

Se han probado muchos métodos y algunos de ellos han sido usados en planta piloto, para producir alcoholes a partir de la cera líquida de jojoba.

Desde 1903 la reducción con sodio de esteres ha sido un método clásico para la obtención de alcoholes (21). En el reporte de Kastens y Peddicord (9), se reportó que los mejores resultados para obtener alcoholes grasos a partir del aceite de coco, por medio de una reducción con sodio a escala comercial, era utilizando sodio disperso en tolueno, siendo también necesario un alcohol secundario, metil isobutil carbinol, como alcohol reductor.

La aplicación del método de reducción con sodio en aceite de jojoba fué primeramente investigado por Molaison y otros (15). Ellos pensaron utilizar este método, debido al alto rendimiento de alcoholes que obtendrían a partir de los esteres de jojoba, basándose en que el rendimiento de alcoholes a partir de los esteres de glicérido reportado en otros trabajos (7, 9), era bastante aceptable. También decidieron utilizar este método debido a que en el proceso, la insaturación etilénica no era afectada.

Molaison y colaboradores (15), utilizaron el mismo aparato para la planta piloto empleado por Hansley (7).

Después de extraer el aceite a partir de las nueces de jojoba por medio de un prensado hidráulico en frío, el mismo fué calentado a 220°C por 20 min al vacío (27 pulg de Hg). Este tratamiento era con el fin de remover cualquier traza de humedad presente, condición necesaria en la materia prima para usar el método de reducción con sodio. En el procesamiento se considera teóricamente, que cuatro átomos de sodio y dos moléculas de alcohol reductor (metil isobutil carbinol), se requieren para cada molécula de ester (aceite de jojoba). El solvente orgánico tolueno, se utiliza como medio inerte para la reacción y para dispersar el sodio, con este fin se mezcla por separado, con aplicación de temperatura y agitación, para así obtener una buena dispersión. También por separado, el aceite de jojoba y el alcohol reductor fueron agregados lentamente y con agitación a la mezcla de tolueno y sodio. La adición de la mezcla de aceite más alcohol reductor toma aproximadamente 30 min y se lleva a cabo a reflujo. Un tiempo extra de 40 min es dado para asegurar que la reacción de reducción es total.

Después de la reducción total, la mezcla caliente se transfiere a otro recipiente conteniendo agua para llevar a cabo la hidrólisis total. También se efectúan unos lavados con agua destilada para remover el NaOH y facilitar el rompimiento de la emulsión. Enseguida se agrega un cierto volumen de alcohol reductor y se calienta la mezcla a 100°C. La fase acuosa y los lavados se evaporan a sequedad.

encontrándose que estaban libres de alcoholes de cadena larga. Los alcoholes así obtenidos fueron caracterizados e identificados por espectrofotometría de infrarrojo.

En los resultados, se reporta que los alcoholes obtenidos tuvieron un valor de Iodo entre 81 y 83. Esto indica que la insaturación etilénica no fué afectada por el proceso. El rendimiento de alcoholes de cadena larga fué de 91% en el experimento a nivel laboratorio, siendo un poco más bajo a nivel de planta piloto. La pureza de los alcoholes de cadena larga tuvo un promedio de 98%, mismos que se reportaron estar libres de jabones. Los diferentes espectros obtenidos por infrarrojo para los alcoholes y el aceite de jojoba fueron comparados, obteniéndose, por medio de ellos, una evidencia de que los esteres fueron convertidos a alcoholes y que la reacción se llevó a cabo totalmente. Esto último tomando en cuenta la pureza de los alcoholes resultantes.

Como podemos observar, el método antes descrito requiere de condiciones anhidras de operación muy controladas en la reacción de reducción. Estas condiciones hacen del método hasta cierto punto inconveniente, en cuanto a facilidad de operación. Sin embargo, el rendimiento obtenido es bastante aceptable a nivel de planta piloto y laboratorio.

En otras investigaciones llevadas a cabo a partir del aceite de jojoba para separar y purificar alcoholes, se lleva a cabo una saponificación utilizando una solución de KOH alcóhólica, precedida de una etanólisis (13). Este

método ha sido elaborado únicamente a nivel laboratorio. Donde la muestra de aceite se hace reaccionar con etanol anhidro, que contiene HCl en bajo porcentaje. Esto se lleva a cabo en condiciones de reflujo. Aunque la reacción, o sea la conversión a etil esterés y alcoholes grasos, parece completarse en una hora, se permite un tiempo extra de ocho horas a reflujo para tener un índice de seguridad.

Después de que la reacción se ha completado, se agrega éter etílico y agua lentamente formándose dos fases. En la fase acuosa estarán contenidos el etanol y el agua sin rastros de esterés. Esto se lleva a cabo agitándose suavemente para evitar que la fase acuosa, atraiga los alcoholes grasos. (Aquí la fase orgánica libre de ácido y etanol, se seca en un horno al vacío. Después, la muestra se pesa y se analiza por cromatografía de gases para determinar su composición de etil esterés y alcoholes grasos). La combinación de etil esterés y alcoholes grasos se saponifican de una manera normal, con una solución de KOH 1N, durante toda la noche. Después de la saponificación, la mezcla conteniendo las sales de potasio y los alcoholes grasos se transfieren a un embudo de separación.

La separación de las sales de potasio de los alcoholes grasos es el paso más difícil en la obtención de alcoholes por este método. Esto se lleva a cabo por medio de lavados sucesivos con agua y éter. Después de una serie de lavados, en la fase acuosa se extraen las sales de ácido

graso (96%) y en la fase orgánica, después de otra serie de lavados, se obtienen los alcoholes grasos (90%) libres de sales de ácido graso.

Usualmente, un proceso de cromatografía simple y bien aplicado de los productos de la etanólisis, es suficiente para determinar la composición de los ácidos grasos y alcoholes grasos que constituyen al aceite de jojoba. Por cromatografía de gases, se observó que la mezcla de alcoholes obtenidos fueron idénticos a los alcoholes del aceite de lunaria, una cera líquida sintética. Se observó también que en la mezcla de los alcoholes obtenidos por este método de saponificación alcohólica, predominó el eicosenol (C_{20}). Aunque también existían cantidades considerables de docosenol (C_{22}).

En el método anterior, el principal inconveniente es el tiempo de operación así los pasos necesarios para llevar a cabo la separación de las sales de ácidos grasos de los alcoholes por medio de lavados. También es necesario, antes de la saponificación alcohólica, una etanólisis. Este método también es hasta cierto punto inconveniente en cuanto a la cantidad de equipo utilizado para su desarrollo, aunque el rendimiento reportado es alto.

Como podemos observar, por medio de la discusión de los métodos anteriores, las técnicas empleadas a la fecha para la separación de los alcoholes a partir del aceite de

jojoba, son en general, sofisticadas aparte de utilizar mucho tiempo en el proceso.

El aceite de jojoba es considerado, y por todos aceptado, como uno de los más resistentes a la oxidación, rancidez y en general a la mayoría de los cambios químicos normales que sufre un aceite. También se pensaba que una saponificación acuosa convencional del aceite no podría llevarse a cabo directamente, basándose en que el alto peso molecular de los esteroides en la cera (11, 12), lo hacían muy resistente a la saponificación directa. Así pues, también se pensó que la separación de los alcoholes debería de partir de un paso adicional, que es la reducción o hidrólisis de los esteroides para llegar a obtener los alcoholes.

MATERIALES Y METODOS

Materia Prima Utilizada

La materia prima utilizada para esta investigación fué aceite de jojoba. Este fué obtenido por medio de extracción mecánica, la cual consta de tres pasos principales: un cocimiento de la nuez, extracción por expeller y un filtrado posterior. En el cocimiento de la semilla, ésta se calienta utilizando vapor a presión, a una temperatura de 90°C. Después de un secado previo, también llevado a cabo con presión la nuez se somete a un prensado en expeller (Marca Hander modelo Ex-100). Después de haber sido pasada la semilla por el expeller, el aceite producto de la extracción, es pasado a un filtro prensa.

Al aceite así obtenido, se le determinaron las siguientes características químicas: Índice de Iodo, Índice de Saponificación, Materia Insaponificable e Índice de Acidez. De este aceite, se tomaron las cantidades necesarias para probar el método de saponificación directa con NaOH acuoso.

Saponificación Directa con NaOH Acuoso

Se tomaron 100 g de aceite de jojoba, sin ningún tratamiento previo, y se calentaron directamente en un vaso de precipitado, sobre una parrilla convencional. Mientras el aceite se calentaba, por separado, en el vaso de reacción

(vaso de precipitado de 600 ml), se prepararon 10.5 g de solución acuosa de NaOH, a una concentración del 76% en peso, usando para ello agitación y temperatura, hasta lograr una solución homogénea.

Una vez obtenida la solución homogénea de NaOH acuosa y el aceite a una temperatura de 70°C, se mezcla una porción de éste último en el vaso de reacción, que contiene el NaOH acuoso. Esto, con el propósito de iniciar la reacción más rápidamente. Cuando la reacción se ha iniciado, lo cual sucede en el transcurso de los primeros 15 min, se agrega el resto de la muestra de aceite de jojoba. Se prosigue la reacción aplicando agitación hasta saponificación completa. Aquí la saponificación completa de la muestra se llevó a cabo a los 120 min y a una temperatura de 180°C.

Cuando el tiempo de reacción requerido ha transcurrido, se retira la agitación y temperatura. La mezcla resultante de la saponificación se deja enfriar a temperatura ambiente. A medida que esta mezcla se enfría, adquiere una consistencia sólida, lo que facilita su manejo para operaciones subsecuentes. Esta mezcla sólida, producto de la saponificación directa, consta de sales de sodio de los ácidos grasos y de alcoholes grasos líquidos. Ambos se encuentran íntimamente mezclados.

Separación de los Alcoholes, Producto de la Saponificación

Los alcoholes contenidos en la mezcla antes descrita, se separaron de las sales de ácidos grasos por medio de una extracción por solventes. Para llevar a cabo esta separación, el producto de la saponificación se pasa a un filtro de tela de algodón. Este filtro, es colocado en la cámara de extracción de un aparato soxhlet. Se lleva a cabo la extracción usando eter etílico como solvente. En esta extracción, la temperatura se reguló de acuerdo a la temperatura de ebullición del solvente (40°C), hasta lograr una extracción exhaustiva (esto se consigue en 24 horas). La mezcla así obtenida, después de la extracción, contiene además del solvente y alcoholes grasos, cantidades cuantificables de jabones. Estos jabones son arrastrados por el solvente durante la extracción.

Remoción de Trazas de Jabones

Los jabones arrastrados por el solvente en el proceso de extracción, pueden ser removidos fácilmente, eluyendo la mezcla obtenida, através de una columna que tiene las siguientes características: es una columna de vidrio, de 7 cm de diámetro y 50 cm de altura empacada con silica gel (60-80 mesh, grado cromatográfico) como adsorbente y utilizando eter etílico como eluyente.

Una vez eluída la mezcla, se lava la columna con el eluyente, para asegurar que no hayan quedado rastros de

alcoholes atrapados también en la columna. La mezcla así eluída, compuesta de alcoholes grasos y solvente, no contiene jabones. Esto se demostró mediante una prueba cualitativa, que consiste en mezclar una porción de la mezcla eluída en la columna, en una solución de acetona al 98%, usando azul de bromofenol como indicador. Cuando se obtiene una coloración amarilla, indica que los jabones han sido totalmente removidos. Esta prueba puede hacerse cuantitativa si se desea, pero para el propósito se trata solo de detectar rastros de jabones; así que, se busca la coloración antes mencionadas para proseguir. Si la coloración resultante es azul, indica que aún existen rastros de jabones, entonces se vuelve a pasar una vez más la mezcla eluída a través de la columna.

Obtención de los Alcoholes Libres de Solvente

Para separar los alcoholes grasos del solvente, se pasa la mezcla eluída, libre de jabones a un evaporador rotatorio (Rotavapor-R, mod. Brinkman Instruments, tipo W-240) donde se lleva a cabo dicha separación, usando un baño de agua (40-50°C). Después de la evaporación y separación de la mayor parte del solvente, la solución se coloca en una estufa a una temperatura aproximada de 100°C; esto, para asegurar que la eliminación del solvente fué completa. Una vez libres de solvente los alcoholes grasos, se cuantifican; haciendo una relación entre la cantidad en gramos de materia prima o aceite de jojoba utilizado y la cantidad en gramos de alcoholes grasos obtenidos. En la Figura 2, se puede

apreciar una representación esquemática del proceso utilizado en esta investigación.

Caracterización e Identificación
de los Alcoholes Obtenidos

Los alcoholes obtenidos, se analizaron por espectrofotometría de infrarrojo, en un espectrofotómetro de infrarrojo (Perkin-Elmer modelo 267), bajo las siguientes condiciones de operación: Aplicación directa de la muestra en una celda de cloruro de sodio; Scan Mode, F; Slit, N; y Time Constant, 1. Los mismos alcoholes fueron analizados químicamente, determinándoseles las características más significativas, tales como: Índice de Oxhidrilo, Índice de Iodo, Índice de Saponificación, Índice de Acidez y Materia Insaponificable. Las técnicas utilizadas para estas determinaciones, son las recomendadas por la AOCS (10).

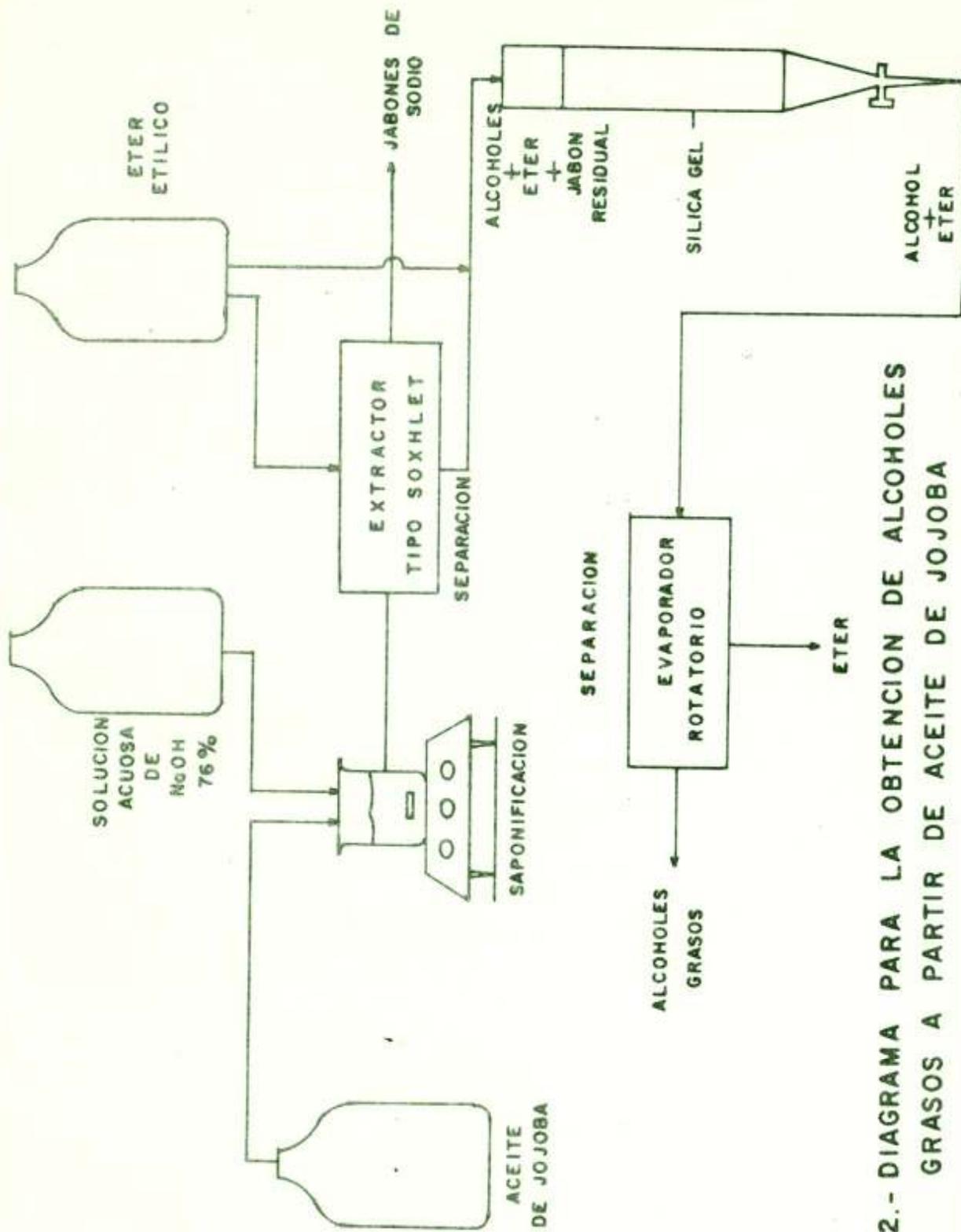


FIG. 2.- DIAGRAMA PARA LA OBTENCION DE ALCOHOLES GRASOS A PARTIR DE ACEITE DE JOJOBA

OBSERVACIONES Y RESULTADOS

Características de la Materia Prima

La materia prima utilizada, aceite de jojoba, se recibió en un recipiente de 20 litros. Este aceite, obtenido por extracción mecánica en los laboratorios del Centro de Investigaciones Científicas y Tecnológicas de la Universidad de Sonora (C.I.C.T.U.S), para el propósito de esta investigación no sufrió ningún pre-tratamiento antes de ser usado. Se determinaron sus propiedades químicas más significativas como son: Índice de Iodo, 83; Índice de Saponificación, 92; Índice de Acidez, 0.2; y Materia Insaponificable, 49%.

Con este aceite de jojoba, conteniendo las características antes descritas, se llevó a cabo todo el proceso de investigación.

Establecimiento de las Condiciones de Saponificación

Alcali y Concentración

Para saponificar directamente el aceite de jojoba, solo se contaba con dos agentes saponificantes: NaOH y KOH. Con ambos álcalis se hicieron pruebas de saponificación, a diferentes concentraciones para determinar que álcali proporcionaría las mejores características en cuanto a facilidad de manejo, forma de los productos obtenidos, separación de los productos y rendimientos del producto deseado.

Para llevar a cabo las determinaciones anteriores, se tomó como base una muestra de 100 g de aceite de jojoba. De acuerdo al Índice de Saponificación del aceite, 92; se determinó la cantidad en gramos necesarios de cada álcali para saponificar dicha cantidad de aceite. Así, para KOH fueron 11 g y para NaOH 8 g. Para ambos álcalis se da un exceso en cantidad, como índice de confiabilidad, para asegurar una reacción completa. La reacción de saponificación es necesario llevarla a cabo en una solución acuosa y concentrada del álcali. Para ésto, se probaron diferentes volúmenes de agua para disolver las diferentes cantidades de álcalis. Se buscó el volúmen menor posible que disolviera dichas cantidades; y a la vez, obtener una solución homogénea sin cristalizar. Esto se logró aplicando calentamiento. Los volúmenes de agua escogidos fueron de 2.0, 2.5, 3.0, 3.5 y 4.0 ml; los cuales correspondían a las concentraciones siguientes: 80%, 76%, 69% y 66% en peso para NaOH respectivamente. Para el KOH las concentraciones resultantes fueron de 84%, 81%, 78% y 73% en peso respectivamente, usando las mismas cantidades de agua. Las concentraciones para ambos álcalis fueron diferentes, debido a que las cantidades requeridas de álcalis para el propósito de saponificación son diferentes. Además, también se trataba de observar la influencia que ejercían las distintas cantidades de agua sobre la reacción.

Una vez determinadas las concentraciones de álcalis, se procedió a saponificar las muestras de aceite de jojoba

con cada una de las concentraciones de álcalis antes mencionadas. Como no se tenía una relación de tiempo, para determinar cuando la reacción de saponificación se completaba se procedió de la manera siguiente: se tomó la solución de concentración más baja de KOH, colocándose en el vaso de reacción y se procedió a la saponificación de la muestra como se indicó en materiales y métodos (pag. 21). A medida que el aceite se va saponificando, adquiere un aspecto lechoso y denso de tal forma que la agitación se torna más difícil, siendo necesario aumentarla gradualmente. Cuando la agitación se tornó más difícil y la mezcla adquirió un aspecto semisólido y de color blanquecino, la reacción de saponificación se dió por terminada. Esto se llevó a cabo retirando agitación y temperatura. Hasta este punto habían transcurrido 100 min, tiempo que se tomó patrón para llevar a cabo todas las saponificaciones subsecuentes, para las concentraciones restantes tanto de KOH como de NaOH.

Las reacciones de saponificación anteriores se llevaron a cabo como se dijo antes, durante un tiempo de 100 min a 180°C y con agitación constante. Llevándolas a cabo desde una concentración menor a una mayor. A medida que la concentración del álcali aumentaba, la reacción de saponificación era más rápida (esta fué una observación visual, de acuerdo a la apariencia de la muestra). Por consiguiente, se observó que la cantidad de agua influye en el tiempo de reacción. También se observó que la saponificación llevada a cabo con

KOH dió como resultado jabones bastantes blandos. Esto viene a ocasionar una dificultad en el manejo de los productos obtenidos, en el momento de ser pasados al filtro para llevar a cabo la separación. En cambio, los jabones obtenidos por saponificación con NaOH, presentaron una apariencia más sólida lo que facilita su manejo en el momento de separarlos.

Ya saponificadas las muestras, se procedió a separar los productos de la reacción de la manera ya descrita para obtener los alcoholes libres de las sales de los ácidos grasos. Para las muestras saponificadas con KOH, al estar en proceso de separación, el solvente arrastró tanto los alcoholes como los jabones. Esto es indeseable, ya que el propósito de esta separación es recuperar solamente los alcoholes lo más libres de jabones posible.

El producto de estas extracciones, sales de sodio de los ácidos grasos, alcoholes grasos y solvente, presentan un aspecto bastante viscoso. Esta propiedad se la dan las grandes cantidades de jabones arrastrados, mismos que hacen difícil la separación; ya que es necesario después de la extracción, filtrar para obtener solamente los alcoholes mezclados con el solvente. Este inconveniencia hace que el rendimiento obtenido para los alcoholes baje bastante ya que no es posible separarlos totalmente en los filtrados, además de que se utiliza bastante solvente para los filtrados.

Durante las extracciones llevadas a cabo para las saponificaciones con NaOH, el solvente separó muy bien los

alcoholes de los jabones, sin que existiera un gran arrastre de éstos. Esto hizo que fuera posible después de la extracción, remover más fácilmente las trazas de jabones y se obtuviera un rendimiento más alto.

Cuando la extracción de los alcoholes se llevó a cabo en forma exhaustiva, para cada muestra saponificada, el solvente fué separado de los alcoholes, utilizando para esto un evaporador rotatorio. Asegurándose después que el total del solvente fué removido.

Habiendo obtenido los alcoholes de las diferentes muestras, que correspondieron a cinco muestras por saponificación con NaOH y cinco muestras por saponificación con KOH, se les determinó características químicas como: Índice de Saponificación, para dar una idea del total de aceite que fué saponificado y Materia Insaponificable, para saber la cantidad aproximada de alcoholes presentes en el producto obtenido. Los valores resultantes para éstas determinaciones se pueden observar en la Tabla 5.

Debido a los problemas antes descritos para las saponificaciones llevadas a cabo con KOH, se eliminó a éste como posible agente saponificable y se prefirió al NaOH. La elección del NaOH como agente saponificante, se basó también en los resultados obtenidos de las características químicas realizadas (Tabla 5), de donde es posible observar el bajo porcentaje de Materia Insaponificable obtenida para la saponificación con KOH, aún y cuando la solución es más

Tabla 5. Indices de Saponificación y Materia Insaponificable para Alcoholes Obtenidos por Saponificación del Aceite de Jojoba con KOH y NaOH a Diferentes Concentraciones.

Solución	Indice de Saponificación	Materia - Insaponificable %
NaOH 8 g	2.0	3.9
	2.5	3.5
	3.0	6.7
	3.5	20.8
	4.0	35.2
KOH 11 g	2.0	26.6
	2.5	29.7
	3.0	36.5
	3.5	41.6
	4.0	43.3

concentrada. El alto Índice de Saponificación obtenido, reveló también que quedó una buena cantidad de aceite sin reaccionar. En cambio, con NaOH se obtuvieron resultados más satisfactorios en cuanto a características químicas, observándose que hay una mayor cantidad de conversión de aceite de jojoba a alcoholes durante la saponificación.

Una vez elegido al NaOH como agente saponificante, de los mismos resultados de la Tabla 5, se escogió la concentración más apropiada para llevar a cabo las reacciones de saponificación subsecuentes. Para ésto, se eligió la concentración del 76% en peso, por las características químicas que presentan los productos obtenidos de ella, tales como Índice de Saponificación, Materia Insaponificable y principalmente por su facilidad de disolución, ya que, la solución al 80% presenta características químicas parecidas pero preparar esa solución es más difícil.

Una vez que se escogió la concentración del álcali con lo que se trabajó en pruebas posteriores, los análisis químicos realizados (Tabla 5), revelaron también que la reacción de saponificación no fué completa. Para demostrar ésto, dicha muestra se analizó por espectrofotometría de infrarrojo, obteniéndose un espectro con bandas de absorción características para alcoholes a 2.85μ y a $9.5-9.8\mu$. También se presentaron pequeñas bandas de absorción a 5.8μ , que indicaron la presencia de esteres en la muestra (Figura 3). Este espectro, junto con las características químicas

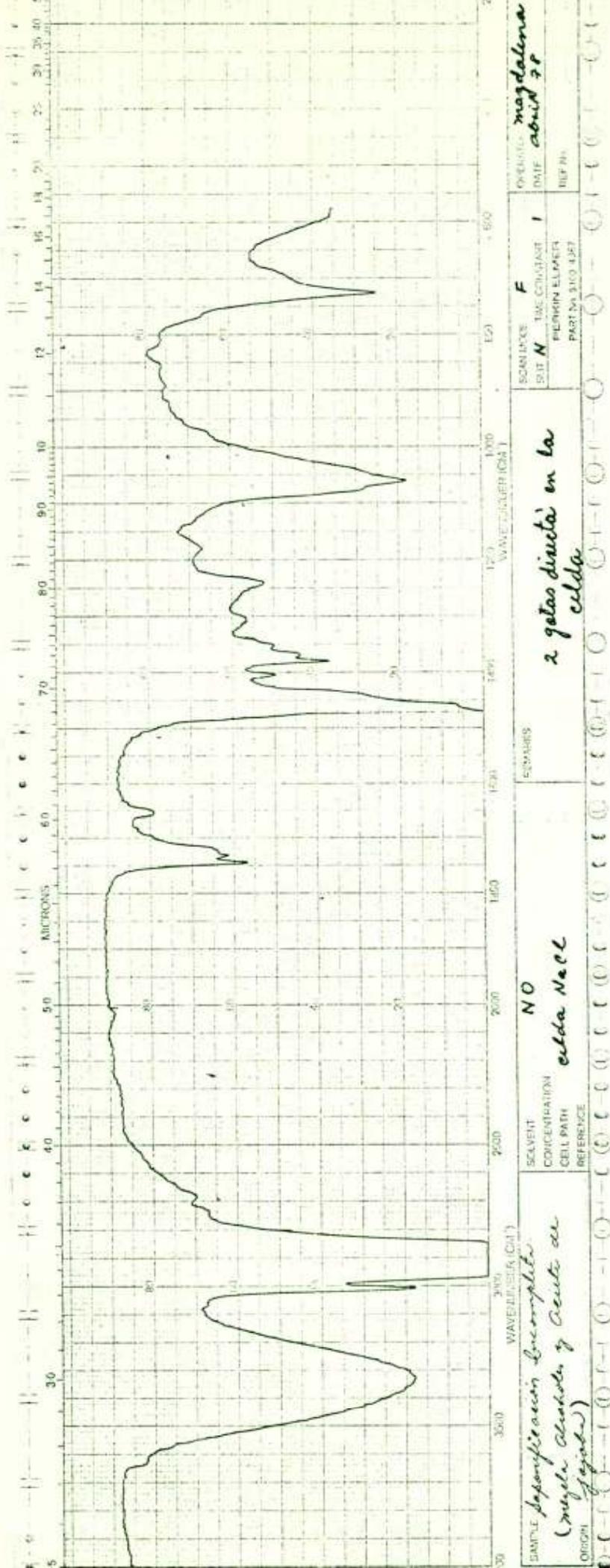


Figura 3. Espectro de Infrarrojo para Alcoholes
 Obtenidos de una Muestra de Aceite de
 Jajoba Parcialmente Saponificado.

realizadas, se compararon con un espectro de aceite de jojoba (Figura 4) y con sus características químicas. Así se obtuvo una relación aproximada del grado de conversión de esteres a alcoholes, en éste proceso de saponificación. Por lo que reveló el espectro realizado, indicó que la saponificación no fué completa, por lo cual, fué necesario aumentar el tiempo de reacción.

Tiempo y Temperatura

En las reacciones anteriores se había fijado una temperatura aproximada de 180°C considerándose apropiada respecto al tipo de reacción a realizar. Aunque también fué necesario observar la influencia de la temperatura durante la reacción. Para esto, sabiendo que a 100 min y 180°C la reacción era casi completa, se probaron diferentes tiempos y temperaturas a los ya empleados anteriormente. La variabilidad de tiempo y temperatura escogidos para cada muestra, según las condiciones de trabajo, fueron de 30, 60, 90 y 120 min; a 130, 180 y 240°C. Una vez saponificadas todas las muestras, bajo las condiciones de tiempo y temperaturas especificadas, se separaron los alcoholes de los jabones por extracción en el soxhlet. Después se eliminó totalmente el solvente y a los alcoholes así obtenidos, se les determinó Índice de Saponificación, con el fin de observar el curso que vá siguiendo la reacción debido a los diferentes trata-mientos de tiempo y temperatura. Los resultados así obtenidos, se muestran en la Tabla 6.

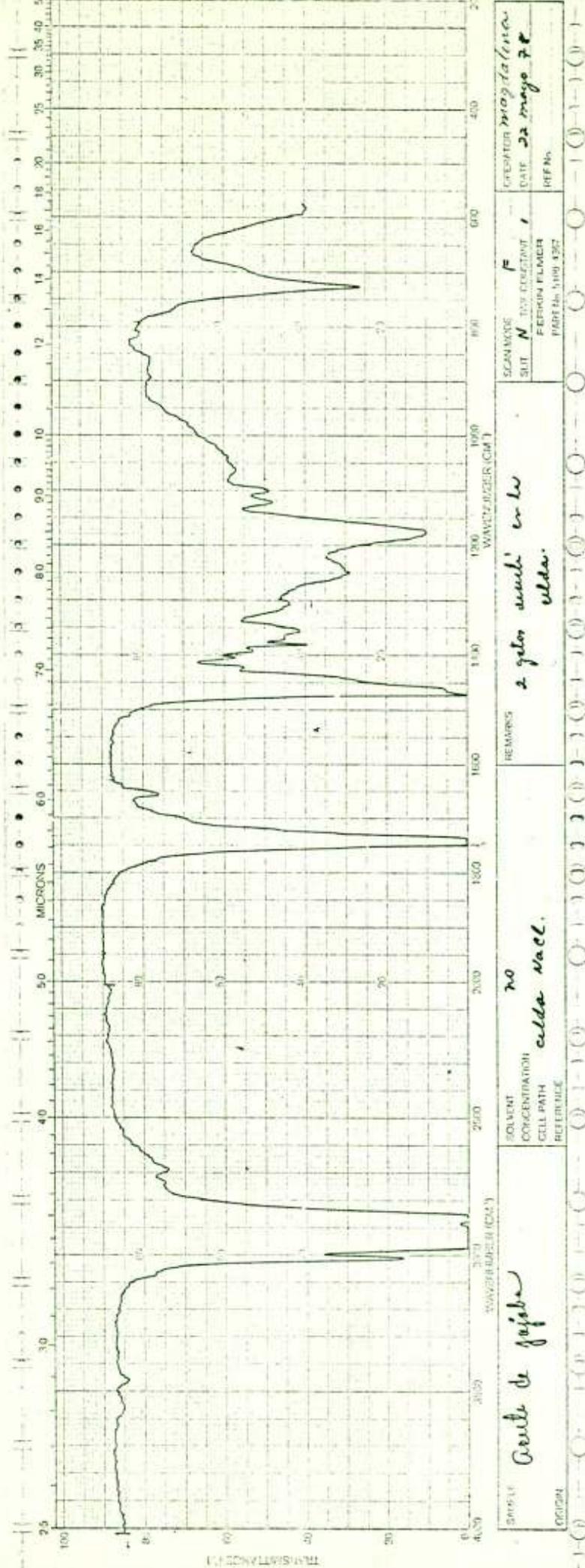


Figura 4. Espectro de Infrarrojo para una Muestra de Aceite de Jojoba sin Saponificar.

Tabla 6. Indices de Saponificación de Alcoholes Obtenidos del Aceite de Jojoba por Saponificación Acuosa de NaOH al 76% en peso.

Tiempo min	Temperatura °C		
	130	180	210
30	26.5	14.6	26.0
60	23.2	12.0	16.4
90	12.0	10.4	15.5
120	10.2	3.0	10.0

De los resultados obtenidos en la Tabla 6, se escogió la muestra que presentó el menor Índice de Saponificación. Esta correspondió a un tiempo de 120 min y a una temperatura de 180°C. La misma muestra fué analizada por espectrofotometría de infrarrojo, revelando espectros con bandas de absorción características para alcoholes a 2.85 μ y a 9.5 μ - 9.8 μ . Se observó también una ausencia total de bandas de absorción 5.8 μ , características del grupo ester. Esto indicó que la muestra de aceite de jojoba fué totalmente saponificada (Figura 5). Con la determinación de los parámetros antes descritos, se estableció que las condiciones más apropiadas para llevar a cabo la reacción de saponificación directa del aceite de jojoba, fué a una concentración de NaOH al 76% en peso, un tiempo de reacción de 120 min y a una temperatura de 180°C.

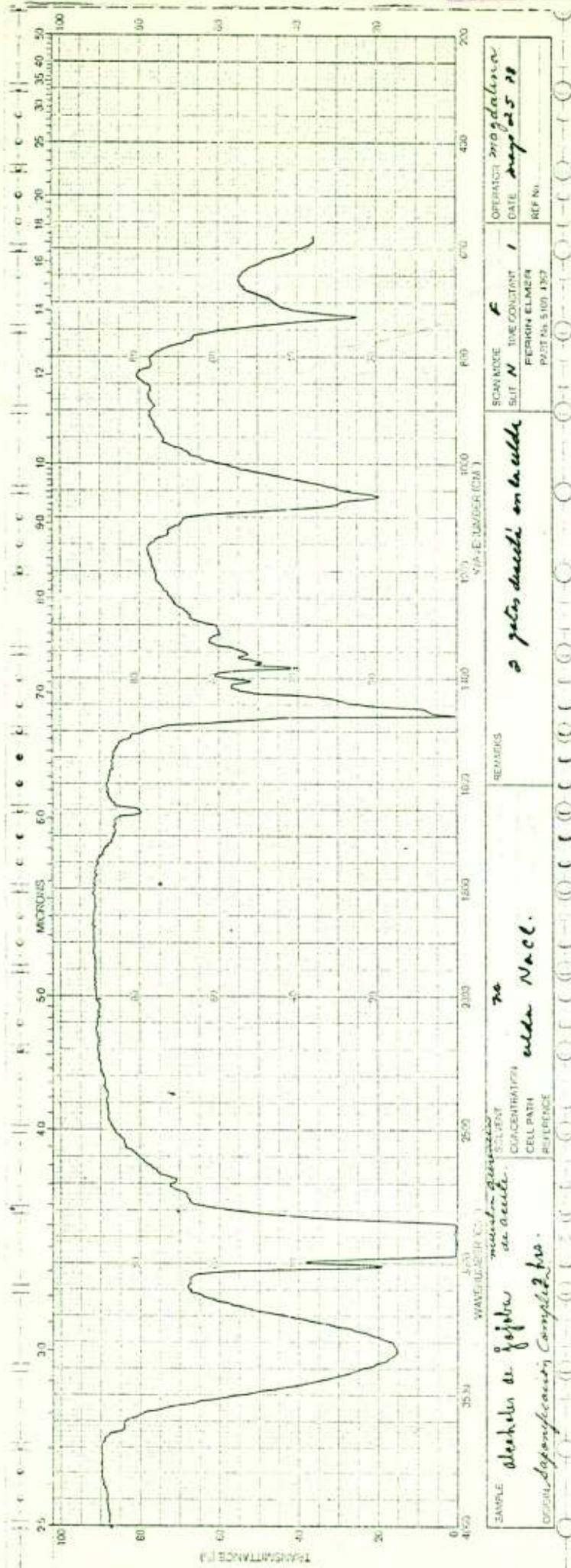


Figura 5. Espectro de Infrarrojo para Alcoholes Obtenidos de una Muestra de Aceite de Jojoba Totalmente Saponificado.

Elección del Solvente para la Extracción de Alcoholes

En el establecimiento de las condiciones de saponificación, la separación de los alcoholes se había llevado a cabo usando solamente eter etílico como solvente, durante todas las extracciones. Tomando en cuenta el alto costo del eter etílico, se probaron otros solventes como son hexano y eter de petróleo, solventes con que se contaba en ese momento.

A las mezclas, producto de la saponificación, se les aplicó una extracción exhaustiva con los tres solventes. Después, se separaron los alcoholes de los solventes. Se observó, que las muestras tratadas con eter etílico y hexano, dieron un rendimiento bastante aceptable, que varió entre el 43 y 45%.

Se determinaron cantidades de jabones en los alcoholes que pudieron ser arrastrados durante las extracciones. Para ésto, se utilizó la prueba antes descrita (pag. 23); obteniéndose que, en los alcoholes provenientes de la separación por eter etílico, la cantidad de jabón residual fué diez veces menor (1000 ppm) que en los alcoholes separados por hexano (10,000 ppm). En la separación por eter de petróleo, no fué posible cuantificar los alcoholes, ya que aquí, todo el producto de la saponificación fué arrastrado por este solvente, obteniéndose una sola mezcla de alcoholes, jabones y solvente. Esto, para el propósito no es deseable; por

tanto, se elimina el eter de petróleo como posible solvente para llevar a cabo la separación de los alcoholes.

Remoción de Trazas de Jabones

Como se puede observar, aún usando eter etílico como solvente durante la separación de los alcoholes, se obtienen durante esta separación, restos de jabones. Para eliminar estos jabones de los alcoholes obtenidos, tanto por eter etílico como por hexano, se probaron columnas de separación de diferentes diámetros y de una misma altura, empacadas con sílica gel. La primera columna que se probó fué de 50 cm de diámetro de altura y un cm de diámetro, la cual presentó problemas, pues la elución fué muy lenta. Enseguida, se probó una columna de la misma altura y con un diámetro de 3 cm y los problemas, aunque menores, seguían siendo los mismos. La columna que presentó los mejores resultados fué una de 50 cm de altura y 7 cm de diámetro. Aquí, la elución de la muestra se llevó a cabo sin ningún problema y en un corto tiempo.

La columna empacada con sílica gel como adsorbente, se humedeció con el solvente que se utilizó como eluyente, para posteriormente eluir la muestra. Después de haber eluído dos veces los alcoholes con eter etílico se lavó la columna con el solvente para asegurar que toda la muestra fué eluída. Enseguida se determinó si aún existían rastros de jabones, observándose que estos rastros habían sido totalmente removidos. Esto no sucede cuando la elución se llevó

a cabo para los alcoholes extraídos con hexano ya que aún se presentaron restos de jabones. Estos, pueden ser eliminados eluyendo la muestra dos o tres veces más.

Eliminación del Solvente

Cuando los restos de jabones son totalmente removidos, la mezcla eluída junto con los lavados se pasaron a un evaporador rotatorio, para separar el solvente de los alcoholes. Se demostró que este método de separación es el mas adecuado, pues se probaron métodos de separación convencionales (destilación), y el tiempo requerido para esto fué mucho mayor. Esto se hace a una temperatura adecuada según el solvente utilizado (40-50°C para eter etílico y 70-80°C para hexano). Después, se aseguró que el solvente fué totalmente eliminado.

Una vez que se obtuvieron los alcoholes, libres del solvente, fueron cuantificados obteniéndose un rendimiento del 43 al 45% en peso.

Caracterización y Comparación de los Alcoholes Obtenidos

A los alcoholes obtenidos de las muestras tratadas con eter etílico y hexano, se les determinaron las características químicas mas significativas, recomendadas por los métodos AOCS (10). Las pruebas químicas realizadas fueron: Índice de Iodo, Índice de Saponificación, Índice de Oxhidri-
lo, Índice de Acidez y Materia Insaponificable.

En la Tabla 7, se observan los resultados obtenidos de los análisis químicos realizados. Estos análisis se obtuvieron de muestras repetitivas tanto para los productos de extracción con eter etílico, como para los alcoholes extraídos por hexano.

Como podemos observar, las pruebas químicas realizadas para los productos de ambas extracciones, presentan entre sí una gran semejanza. Debido a esto, podemos concluir, que la reacción de saponificación se llevó a cabo completamente y las características químicas de los alcoholes obtenidos fueron constantes.

El valor de Índice de Iodo resultante de los alcoholes, varió de 81 a 83. Esto indicó que el enlace etilénico de la muestra no fué afectado durante el proceso de saponificación; pues se mantuvo igual al valor obtenido para la muestra de aceite de jojoba, que fué de 83.

El Índice de Saponificación obtenido, fué bajo y varió de 1.1 a 2.2. Esto indicó la ausencia total de materia saponificable, en este caso aceite de jojoba.

Un contenido de Oxhidrilo de 5.3 a 5.6%, junto con un alto contenido de Materia Insaponificable del 93 al 98%, además de un bajo valor de ácidos grasos libres, indicaron que los alcoholes fueron de alta pureza y calidad.

Todas las determinaciones químicas, antes descritas, se compararon con la de los alcoholes obtenidos por

Tabla 7. Características Químicas de los Alcoholes Extraídos del Producto de Saponificación del Aceite de Jojoba con Eter Etilico y Hexano.

Solvente	Indice de Saponificación	Indice de Iodo	Indice de Acidez %	Materia Insaponif. %	Valor Oxhidrilo %
Eter Etilico	2.2	81.7	0.06	96	5.3
Eter Etilico	1.1	83.0	0.05	98	5.6
Hexano	2.2	82.4	0.07	93	5.4
Hexano	1.9	81.5	0.06	94	5.2

reducción con sodio (15); observándose, que los valores resultantes fueron bastantes parecidos.

Los alcoholes obtenidos también se analizaron por espectrofotometría de infrarrojo. Los espectros obtenidos, mostraron las bandas de absorción para los grupos OH a 2.85μ y para el enlace C-O-H a $9.5-9 \mu$ (Figura 5). En la región de absorción para el grupo ester a 5.8μ , no aparece ninguna banda; ésto indicó, que la muestra fué totalmente saponificada. Un espectro obtenido del aceite de jojoba (Figura 4), reveló una ausencia total de bandas de absorción en las regiones de 2.85μ y $9.5-9.8 \mu$; ambas, características del grupo alcohol. En cambio, apareció una extensa banda de absorción en la región de 5.8μ , la cual pertenece al grupo ester.

Los espectros antes mencionados, se compararon con los espectros de alcoholes producidos por reducción con sodio del aceite de jojoba (15); mismos que se compararon con una muestra pura de alcohol euricil (13-docosenol-1-ol). Se observó que los espectros de los alcoholes obtenidos, fueron bastante parecidos a los obtenidos por Molaison y otros (15). Confirmándose de ésta manera, que los alcoholes obtenidos de una saponificación directa con NaOH acuoso, fueron alcoholes monoinsaturados y de cadena larga, además de ser de una pureza considerable.

RECOMENDACIONES

Por los resultados obtenidos de éste trabajo se comprobó que es posible llevar a cabo la saponificación directa del aceite de jojoba, con una solución acuosa de NaOH. Una vez demostrado lo anterior, se pueden hacer las siguientes recomendaciones para llevar a cabo el proceso.

En el primer paso de la saponificación, deben mantenerse ambos reactantes en las condiciones óptimas de reacción que son: el NaOH completamente en solución y el aceite de jojoba caliente, para lograr así más rápidamente el inicio de la reacción. Además de mantener todo el curso de la reacción a una temperatura y agitación constante.

En la separación de los productos de saponificación por extracción con solventes, se recomienda el uso de hexano. Esto es en base a las implicaciones económicas.

Para la limpieza de los alcoholes para remover el resto de los jabones, en ésta investigación se utilizó una columna empacada con silica gel. Pero, para la aplicación de éste método a diferente escala se recomienda la búsqueda de otros métodos de limpieza.

Para llevar a cabo la caracterización de los alcoholes, se efectuaron solamente análisis en los alcoholes obtenidos, tanto espectrofotométricos como químicos, comparando los resultados con los reportados por la bibliografía.

denotando gran semejanza. Para tener un mayor índice de seguridad, se sugiere comparar éstos resultados con una muestra estandar de alcoholes puros.

Una vez desarrollada la saponificación directa del aceite de jojoba a nivel laboratorio, para llevarla a cabo a otra escala, se sugiere un estudio del proceso para ver la posibilidad de su éxito.

BIBLIOGRAFIA

1. Abramovich, R. y otros. 1976. Vegetative Propagation of *Simmondsia chinensis* by Conventional Methods. Jojoba Happenings. 17:3.
2. Barr, I. y otros. 1976. Comparison of Sperm Whale Oil and Jojoba Wax. Jojoba Happenings. 14:4.
3. Braun, R. 1976. Age Estimation of Jojoba Plants. Jojoba Happenings. 17:6
4. Felger, R.S. y C.H. Lowe. 1976. The Island and Coastal Vegetation and Flora of the Gulf of California. Contributions in Science, Natural History Museum of Los Angeles Country. 285:59.
5. Felger, R.S. y M. Beck. 1974. Seri Indian Pharmacopoeia. Economis Botanic. 28(4):414-436.
6. Forti, M. 1976. Cultivation of *Simmondsia chinensis* (Jojoba). Jojoba Happenings. 17:2.
7. Hansley, V.L. 1947. Sodium Reduction of Fatty Acid Esters. Ind. Eng. Chem. 39:55-62.
8. Jones, M.A. y N.B. Knoepfler. 1957. Wax Uses of Desert Shrub, Jojoba, Subject of Promising Study. Chemurgic Digest. 1:5-6.
9. Kastens, M.L. y H.J. Peddicord. 1949. Alcohols by Sodium Reduction. Ind. Eng. Chem. 41:438-446.
10. Link, W.E. 1975. American Oil Chemist's Society. Official and Tentative Methods. 3th ed., rev. Columbus, Ohio. (1971-1975).
11. Miwa, T.K. 1971. Jojoba Oil Wax Esters and Derived Fatty Acids and Alcohols: Gas Chromatographic Analysis J. Am. Oil Chem. Soc. 48:259-264.
12. Miwa, T.K. 1972. Saponification and Gas Chromatographic Analysis of Jojoba Wax Esters. In International Conference of Jojoba And Its Uses. University of Arizona. Tucson, Arizona.
13. Miwa, T.K. 1973. Chemical Aspects of Jojoba Oil a Unique Liquid Wax From Desert Shrub. Cosmetics and Perfumery. 88(1):39-41.

14. Miwa, T.K. 1974. Total Gas Chromatographic Composition of Expeller-Pressed Jojoba Oil, Jojoba Happenings. 8:8.
15. Molaison, L.J. y otros. 1959. Long-Chain Unsaturated Alcohols from Jojoba Oil by Sodium Reduction. J. Am. Oil Chem. Soc. 36:379-382.
16. National Research Council. 1977. Jojoba. Part 1. Agricultural Development of Jojoba. Committee on Jojoba Production Systems Potential, Board on Agriculture and Renewable Resources. Commission on Natural Resources. Washington, D.C. National Academic of Sciences.
17. Pathak, S.G. y otros. 1976. Jojoba Oil as and Anti-foam Agent in Antibiotic Fermentation. Jojoba Happenings. 14:21.
18. Sherdrooke. W.C. Editor. 1977. Jojoba Seeds. Jojoba Happenings. 20:1.
19. Spencer, G.F. y T.K. Miwa. 1974. Wax Esters Combinations and Alcohol-Acid Structures of Jojoba Oil Determined by Chromatographic-Mass Spectrometric. Jojoba Happenings. 8:7.
20. Taguchi, M. 1976. Test Results on Safety of Jojoba Oil to be Used for Cosmetics. Jojoba Happenings. 14:19.
21. U.S. Patent. 868, 252 (Oct. 15, 1907).
22. Wisniak, J. y D. Liberman. 1975. Some Properties of Simmondsia Oil. J. Am. Oil. Chem. Soc. 53:259-261.
23. Wisniak, J. y H. Benajahu. 1976. Investigation of Chemical Properties and Possibles Uses of Jojoba Oil. Jojoba Happenings. 17:29.
24. Wisniak, J. y M. Holin. 1977. Hidrogenation of Jojoba Oil. Ind. Eng. Chem. (14(4):226-231.
25. Yermanos, D.M. y C. Duncan. 1976. Jojoba Seed. Phenotypic Within Plants Variability in Wax Content and Composition. J. Am. Oil Chem. Soc. 53(11): 700-704.