

CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

1.1 ANTECEDENTES GENERALES

Las investigaciones que se realizan de la semilla de la uva han crecido de manera significativa, y debido a la serie de productos que se extrae de esta materia prima entre otros beneficios simultáneos que brinda, ha sido objeto de numerosos estudios más a nivel internacional que nacional.

Los taninos antiguamente eran utilizados como colorantes de pieles y alimentos, son el resultado de la combinación de un fenol y un azúcar. Tienen gusto amargo y suelen acumularse en las raíces, cortezas, frutos y en menor medida en las hojas. Pueden tener varios usos: la precipitación de la gelatina a través de los taninos permite clarificar el vino, así como también la capacidad de precipitar proteínas; esto sirve para el curtido de pieles. En ese sentido, los taninos se intercalan entre las fibras de colágeno, estableciendo uniones que permiten crear una gran resistencia frente al agua y el calor, haciendo que la piel se convierta en cuero. (Gómez D. 2004)

Esta combinación de los taninos con proteínas de la piel, forman precipitados resistentes a la putrefacción, lo cual priva a las bacterias contaminantes de su sustrato nutritivo. Su poder astringente lo hace apto para la cicatrización de heridas, sobre todo administrado en forma de cataplasmas.

El curtido vegetal es tan antiguo como la historia misma del hombre y es el que emplea sustancias curtientes vegetales, llamadas "taninos". (Gómez D. 2004)

El curtido vegetal surgió a partir de la observación que puso en evidencia que si una piel cruda se ponía en contacto con la corteza, madera, hojas y frutos de ciertas plantas se manchaba y esas zonas que en principio se creían dañadas, finalmente resultaban favorecidas al quedar indemnes a la putrefacción.

Los taninos son muy numerosos y están muy repartidos en la naturaleza (más de 400 variedades). Se encuentran en cortezas de troncos y ramas, frutos, vainas, hojas, raíces, jugos y madera de ciertos vegetales. La mayor riqueza en cuanto a sustancias curtientes se encuentra en la corteza que cubre las ramas. También la madera es rica en sustancias

curtientes, pero sólo en un corto número de árboles; en cambio, hay una serie de frutos que contienen gran cantidad de dichas sustancias. En general, el tanino se encuentra localizado en una sola parte, pero en algunos casos se encuentra simultáneamente en varias partes de la planta. (Gómez E. 2004)

Actualmente, la uva es muy utilizada en la industria vitivinícola; y los residuos que deja son beneficiosos para la presente investigación, ya que sus semillas poseen un elevado porcentaje de taninos en comparación con el hollejo y raspón esto indica que se puede obtener extracto tánico.

Para la extracción de los taninos se utiliza una mezcla de agua y alcohol, o simplemente agua; posteriormente se decanta y evapora a baja temperatura para obtener el producto final en extracto seco, se lo concentra para obtener un producto final en extracto líquido.

Los extractos tánicos son polvos y líquidos amorfos de color café-amarillento, aspecto grasiento, poco denso, solubles en agua y alcohol, e insolubles en éter, benceno y cloroformo. Cuando se calientan a 210° C. se descomponen produciendo dióxido de carbono y pirogalol, los taninos son fáciles de identificar por la sensación de aspereza. (González K. 2010)

En la industria se utilizan para la fabricación de tintas y el curtido de pieles, gracias a la capacidad de los taninos para transformar las proteínas en productos resistentes a la descomposición. En este proceso se emplean determinados taninos, los más utilizados son los procedentes de la acacia, el castaño, la encina, el pino o la bastarda. (Reyes T. 2014)

1.1.1 Aplicaciones de los Taninos en la industria

Se emplean en la industria textil por su capacidad de reaccionar con las sales férricas, los cuales dan lugar a productos negro-azulados adecuados para tintes. Igualmente son utilizados como mordientes para la aplicación de tintes en tejidos, coagulantes de gomas, o aprestos para papeles o sedas.

En alimentación, los taninos originan el característico sabor astringente a los vinos tintos, al té, al café o al cacao. Las propiedades de precipitación de los taninos son utilizadas para limpiar o clarificar vinos o cerveza.

En el caso de los vinos tintos es muy interesante por la formación de uniones tanino-antociano estables, que ayudan en la estabilización de la materia colorante y la clarificación de los mostos y vinos.

1.1.2 Importaciones de Taninos vegetal-sintético en el mundo

En la siguiente Tabla I-1 se observa la cantidad de taninos, curtiente vegetal además de pigmentos y materias colorantes importados por los principales países del mundo.

Tabla I-1 Importadores de extractos curtientes, taninos vegetal-sintético en miles de dólares

Importadores	2017	2018
	Cantidad importada, en USD	Cantidad importada, en USD
Alemania	22 636	22 809
China	218 643	185 597
EEUU	32 097	30 875
Francia	22 512	22 439
Italia	100 809	100 450
Reino Unido	10 417	10 142
Países bajos	12 009	11 914
México	40 141	44 335
España	25 285	27 676

Fuentes: UN COMTRADE.

1.1.3 Exportaciones de Taninos vegetal y sintético en el mundo

Las exportaciones son de extractos vegetales como sintéticos de origen orgánico e inorgánico. En la tabla siguiente se observa los datos que se tienen de los países que más exportan al mundo.

Tabla I-2 Exportadores de extractos curtientes, taninos vegetal y sintético en miles de dólares

Exportadores	2017	2018
	Cantidad Exportada, en USD	Cantidad Exportada, en USD
EEUU	22 119	22 501
Alemania	109 249	99 387
China	26 710	30 796
Bélgica	14 162	13 463
Países Bajos	35 433	39 298
Reino Unido	4 016	6 035
España	62 957	67 702
India	67 147	79 515
Francia	86 358	88 426

Fuentes: UN COMTRADE.

1.2 OBJETIVOS

Los objetivos que se persiguen durante la realización de la siguiente investigación son:

1.2.1 Objetivo General

Extraer los Taninos a escala de laboratorio a partir de semillas de uva del Valle Central de Tarija.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Caracterizar la materia prima: Semilla de uva para la extracción de tanino, Valle Central del Departamento de Tarija.
- Diseñar la fase experimental del proceso de extracción de tanino, de la semilla de uva, Valle Central del Departamento de Tarija.
- Caracterizar el producto obtenido experimentalmente: extracto tánico de la semilla de uva, Valle Central del Departamento de Tarija.
- Analizar y valorar los resultados experimentales del proceso tecnológico, extracción de tanino de la semilla de uva, Valle Central del Departamento de Tarija.

1.3 JUSTIFICACIÓN DEL PROYECTO

1.3.1 Justificación Económica

La producción de Taninos a partir de la semilla de uva, producida en las industrias vitivinícolas contribuirá al desarrollo y a la investigación para un mayor emprendimiento a futuro dando un valor agregado, siendo un residuo de las bodegas vitivinícolas en el Departamento de Tarija.

Promoverá la innovación en el campo vitivinícola. Las semillas de uva constituyen una fuente abundante y económica de producción de Taninos proveniente de una materia de desecho, actualmente no aprovechado.

1.3.2 Justificación Tecnológica-Técnica

El interés por los taninos está creciendo rápidamente desde hace años, debido a los diferentes estudios que le atribuyen magníficas propiedades en diversos campos del conocimiento e industrias. A este respecto, cabe destacar que existen en algunos países, plantas industriales que extraen polifenoles procedentes de los residuos tras la vinificación, pero no así que extraigan taninos selectivamente.

Actualmente en el Departamento de Tarija no se producen Taninos a partir de la semilla de uva, este subproducto del vino demuestra que es necesario desarrollar nuevas tecnologías que permitan llevar a cabo el proceso de obtención de Taninos en condiciones determinadas, para su posterior aplicación.

Con la presente investigación se obtendrán datos técnicos del método de extracción de taninos de la semilla de uva, tales como la temperatura, relación soluto/solvente, concentración del solvente, tiempo de extracción y otros que son de importancia en la extracción de tanino a escala laboratorio.

1.3.3 Justificación Social

Este trabajo de investigación contribuirá al mejoramiento y aprovechamiento de las grandes cantidades de residuos de vinificación en las bodegas del Departamento de Tarija, dando alternativas de beneficio a futuro obteniendo taninos como subproducto.

Los resultados de investigación servirán como aporte técnico y científico para futuras investigaciones o proyectos.

1.3.4 Justificación Ambiental

La mayor parte de las bodegas vitivinícolas generan gran cantidad de residuos de la vinificación que poco frecuentemente son desechados llegando a causar problemas de contaminación local. La elaboración de Tanino a partir de la semilla de uva contribuirá de gran manera a la disminución de los residuos de vinificación, dándole alto valor agregado a la materia prima.

CAPÍTULO II

MARCO TEÓRICO

2.1 UVA

Según Pérez J. (2015), la uva es el fruto que se obtiene de la vid pertenece a la familia de las Vitáceas y al género *Vitis*, que crece en racimos apretados su pulpa es blanca o púrpura y de sabor dulce, es carnosa de forma redondeada conteniendo algunas semillas. La piel puede ser verdosa, amarillenta o purpúrea conteniendo varias semillas o pepitas.

El tamaño de la baya de uva varía entre los 12mm y los 24mm, y varía según la especie. La forma puede ser esférica, elíptica, ovoide, cilíndrica o arqueada. Su utilidad principal es la obtención de vinos.

La uva es el fruto de la vid, los racimos de uva están constituidos por cuatro partes diferentes:

Pulpa.....	84 %
Semillas o pepitas.....	4 %
Raspones.....	5 %
Piel o hollejo.....	7 %

Las proporciones que se encuentran de estas cuatro partes en el racimo varían según la variedad, clima, terreno, régimen de lluvias, pero como término medio se puede admitir que 100 Kg de racimos de uva contienen 5 a 6 Kg de raspón y el resto de granos. (Martínez D. 2014)

2.1.1 Tipos de Uva

Variedades de uva de mesa:

Tabla II-1 Uva de mesa

Blanca	Negro	Rosada
Moscatel Alejandría	Moscatel de Hamburgo	Cardenal
Italia	Ribier	Moscatel Rosada
Blanca Criolla	Red Globe	Rosada Criolla
Torrontés	Cereza	
Superior	Negra criolla	

Fuente: Elaboración propia, 2018

Variedades de uva de vinificación:

Tabla II-2 Uva de vinificación

Blanca	Negra
Moscatel Alejandría	Cabernet Sauvignon
Chenin Blanc	Malbec
Macabeo	Syrah
Riesling	Merlot
Pinot Blanca	Tannat-Merlot
Chardonnay	Tempranillo

Fuente: Elaboración propia, 2018

2.1.2 Características Morfológicas de la uva

-Racimos: Muy pequeños de forma cónica, de compacidad media y con tamaño de bayas muy uniforme, con fácil desprendimiento de estas bayas en maduración, pedúnculo corto y poco lignificado. (Romagosa J. 2005)

-El raspón: Auténtico aparato de sostén que sujeta los granos del racimo. Es de baja riqueza nutritiva, pues contiene elevada cantidad de celulosa y lignina, que tienen consistencia leñosa. Representa del 18 a 22 por 100 del peso total, según la longitud de los racimos y la variedad de las cepas. (Romagosa J. 2005)

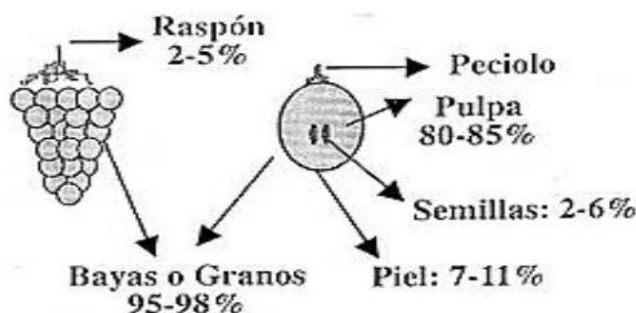
-Bayas: De tamaño pequeño, de sección circular, con epidermis azulada, muy oscura, con mucha pruina, de hollejo muy grueso con pulpa ligeramente coloreada en maduración, dura y jugosa, con sabor herbáceo intenso. (Romagosa J. 2005)

-Pruina: Es una fina capa de cera presente en la cutícula del hollejo o piel también llamada “flor “. En la pruina se encuentran las levaduras que realizan la fermentación alcohólica. (Romagosa J. 2005)

-Hollejos o piel: Son el auténtico pericarpio del fruto dentro del cual están contenidos los tejidos intersticiales, donde se depositan el mosto o azúcares, y que al fermentar forman el alcohol y aldehídos aromáticos. Es la parte más interesante del orujo, para alimentación animal. (Romagosa J. 2005)

-La Semilla: Es de baja digestibilidad por su carácter leñoso. Representa del 10 al 22 por 100 del peso total, según la variedad de las cepas.

Figura II-1 Composición de la uva



Localización de los compuestos fenólicos

	Ac. Fenoles	Flavonoides	Antocianos	Taninos
Piel	Si	Si	Si	Si
Pulpa	Si	No	No	No
Semillas	Si	No	No	Si
Raspón	Si	No	No	Si

Fuente: Central del Vino 2009

En la siguiente Tabla II-3 se muestran datos de producción de orujo así también la cantidad de semilla descartada por año que es de interés en este presente proyecto.

Tabla II-3 Aproximación de Orujo de Uva producido en el Departamento de Tarija

AÑO	SUPERFICIE DEL CULTIVO (Ha)	PRODUCCIÓN (Kg)	80% PARA PROD. DE VINO	Orujo (Kg)	Semilla (Kg)
2012	2 385,00	13 945,50	11 156,40	8 367,30	2 789,10
2013	2 933,55	18 594,00	14 875,20	11 156,40	3 718,80
2014	3 520,26	22 312,80	17 850,24	13 387,68	4 462,56
2015	4 224,31	26 775,36	21 420,28	16 065,21	5 355,07
2016	5 069,17	32 130,43	25 704,34	19 278,25	6 426,08
TOTAL	18 132,29	113 758,09	91 006,47	68 254,85	22 751,61

Fuente: Elaboración propia (2019) a partir de datos obtenidos de FAUTAPO.

2.2 LAS SEMILLAS O PEPITAS DE UVA

Constituyen sólo entre el 2 y el 6% del peso de la uva. Son muy ricas en taninos, suelen ser ásperos y amargos con aromas herbáceos si no están bien maduros. Podemos saber el estado de maduración de la uva con el color de las pepitas cuanto más marrones, más maduras. (Vegas A. 2018)

Pueden existir bayas apirenas que no contienen semilla alguna y en el extremo contrario llegar a tener hasta cuatro. En cuanto a su composición, las pepitas contienen un promedio de siguientes sustancias:

Tabla II-4 Composición química de la semilla de la uva

Componente	Porcentaje (%)
Agua	25 - 45
Aceite	13 - 20
Ácidos grasos saturados (Aceite)	10
Ácidos grasos insaturados (Aceite)	90
Taninos	4 - 6

Fuente: Hidalgo J. 2003

2.3 TANINOS

Los taninos son compuestos poli-fenólicos, más o menos complejos, de origen vegetal, masa molecular relativamente elevada, sabor astringente, conocidos y empleados desde hace muchos siglos por su propiedad de ser capaces de convertir la piel en cuero, es decir de curtir las pieles. Esto se debe a su capacidad para unirse a macromoléculas como hidratos de carbono y proteínas. Precipitan con sales de metales pesados, proteínas y alcaloides. (Equité M. 2004)

Se trata de compuestos hidrosolubles, dando a veces disoluciones coloidales en agua, solubles también en alcohol y en acetona e insolubles en disolventes orgánicos apolares.

2.3.1 Ventajas de los Taninos naturales en la Vinificación

- Acción clarificante
- Acción antioxidante
- Estabilización del color
- Mejora las características organolépticas de los vinos
- Quelación de los metales

2.3.2 Características de los Taninos

Pueden encontrarse en todas las partes de la planta, por ejemplo, en tallos, madera, hojas, semilla y cúpulas. Dentro de los vegetales los taninos suelen encontrarse en las vacuolas celulares, combinados con alcaloides, proteínas u otros. (Equité M. 2004)

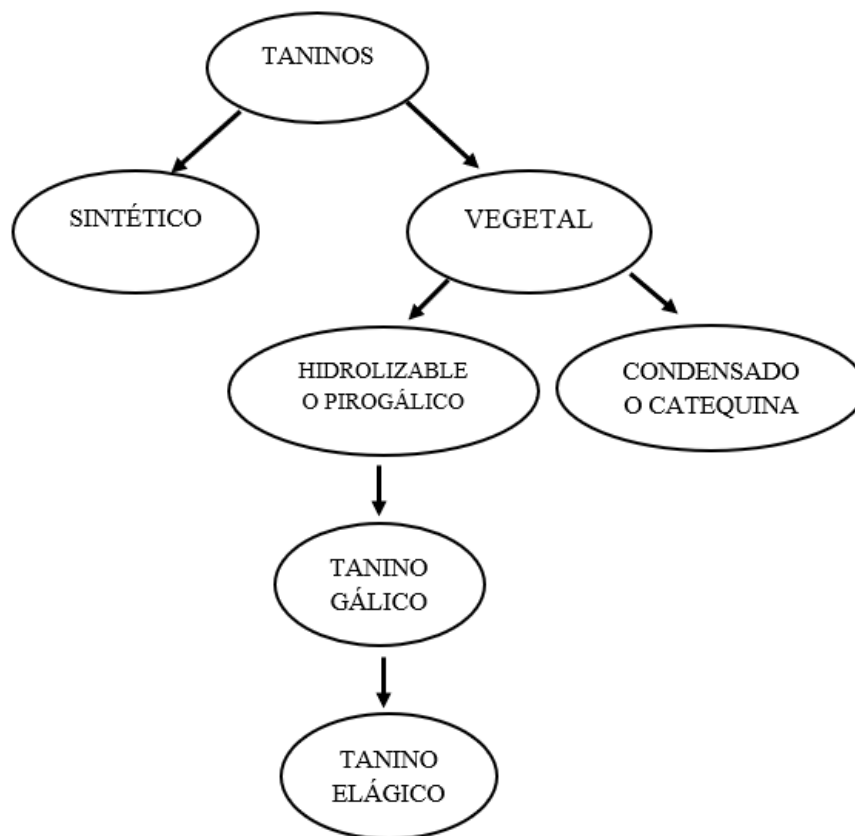
Los taninos son sustancias que poseen un olor característico y un color que va desde el amarillo al castaño oscuro, sus principales características son:

- Son compuestos químicos no cristalizables cuyas soluciones acuosas son coloidales, de reacción ácida, sabor astringente y amargo.
- Precipitan con gelatina, albúmina y alcaloides en solución.
- La exposición a la luz oscurece su color, debido a que son compuestos que se oxidan al contacto con el aire.
- Con sales férricas dan coloraciones negro azuladas o verdosas.
- Se disuelven con facilidad en agua, acetona o alcohol, pero son insolubles en benceno, éter o cloroformo.
- Producen un color rojo intenso con ferrocianuro de potasio y amoníaco.
- Cuando se calientan a 210 °C, se descomponen, y producen pirogalol y dióxido de carbono.
- Forman complejos con iones metálicos y polisacáridos.
- Es combustible con un punto de inflamación de 199°C, una temperatura de auto ignición de 528.5°C.

2.3.3 Tipos de Taninos

Los taninos se clasifican de acuerdo a la siguiente figura:

Figura II-2 Tipos de Taninos



Fuente: Carolina S. 2011

De acuerdo a su composición química, los taninos pueden ser divididos en dos grupos, los taninos hidrolizables que son ésteres de azúcar (glucosa) con uno o más ácidos carboxílicos de tri-hidroxibenceno y los taninos condensados que son derivados de flavonas.

2.3.3.1 Taninos hidrolizables o pirogálicos

Los extractos tánicos hidrolizables o pirogálicos son aquellos que por hidrólisis en medio ácido y a ebullición forman productos solubles en agua.

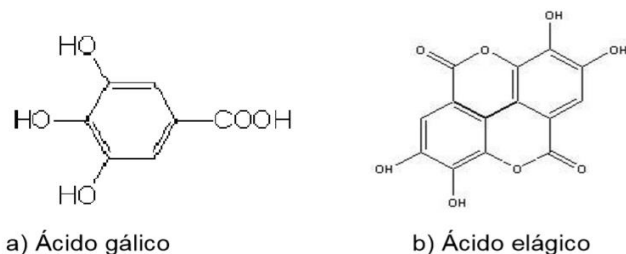
Su constitución está caracterizada por el hecho de que el núcleo bencénico está unido al segundo compuesto por intermedio de átomos de oxígeno.

Depositán, habitualmente, ácido eláxico (compuesto amarillento, cristalizado y poco soluble en agua) finamente dividido que forma en el fondo de las cubas y eflorescencias en el cuero. Con sales de hierro dan coloración negro-azulado. (Marroquín A. 2008)

Los extractos tánicos hidrolizables se pueden clasificar en dos grandes grupos:

- Aquellos que forman ácido gálico y glucosa a través de hidrólisis llamados extractos gálicos.
- Aquellos otros que dan ácido eláxico y glucosa llamados extractos eláxicos.

Figura II-3 Estructuras del ácido gálico y el ácido eláxico



Fuente: Alnicolsa 2007

Las plantas contienen diversos tipos de moléculas fenólicas, las cuales para que puedan actuar de agentes curtientes deben alcanzar un tamaño mínimo de 7 carbonos para obtener una cierta reactividad.

2.3.3.2 Características de taninos hidrosolubles o pirogálicos

- Dan coloración azul con FeCl_3 .
- No precipitan con soluciones de bromo.

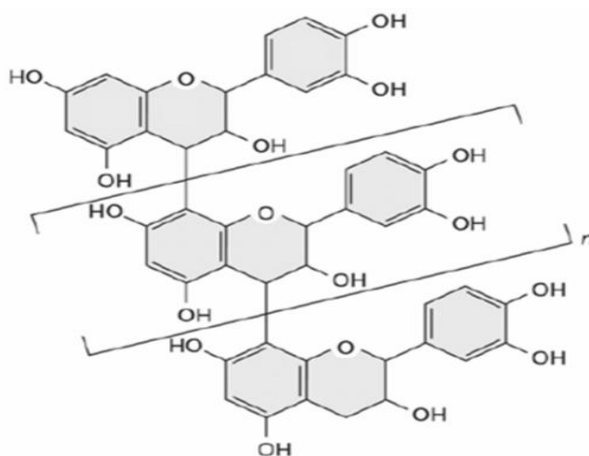
2.3.3.3 Taninos condensados o catequinas

Se conocen también como no hidrolizables, ya que se hidrolizan con dificultad y por el contrario, el tratamiento con calor y ácidos minerales origina polímeros de alto peso molecular (flobáfenos). Este tipo de taninos se producen en el metabolismo normal de los vegetales por lo que se consideran fisiológicos y se encuentran ampliamente repartidos en el reino vegetal.

Las propiedades más interesantes de los taninos se deben a su capacidad de combinarse con diversas sustancias formando complejos. El empleo más antiguo conocido de estas sustancias, como ya se ha comentado, es en la industria de los curtidos. Aunque en la actualidad se utilizan otros compuestos para curtir, todavía en algunos sitios y para curtidos especiales se sigue recurriendo a su uso.

Los extractos condensados o catequínicos en condiciones adecuadas de temperatura forman precipitados. Sus núcleos constituyentes están reunidos entre sí con intervención de átomos de carbono. Se les llama catequínicos porque sometidos a destilación seca casi todos, dan pirocatequina que es uno de los fenodioles que se obtiene en la destilación seca de varias sustancias. (Marroquín A. 2008)

Figura II-4 Estructura general de un tanino condensado



Fuente: Álvarez E. 2007

2.3.3.4 Características de taninos condensados o catequinas

- Al ser tratados con ácidos fuertes en caliente, se origina una polimerización progresiva hasta dar taninos amorfos, llamados flobafenos o taninos rojos.
- Dan coloración verde con FeCl_3
- Precipitan con soluciones de bromo

2.4 TEORÍA DE EXTRACCIÓN SÓLIDO-LÍQUIDO

2.4.1 Definición

Muchas sustancias biológicas, así como compuestos inorgánicos y orgánicos, se encuentran como mezclas de diferentes componentes de un sólido, para separar el soluto deseado o eliminar un soluto indeseable de la fase sólida, esta se pone en contacto con una fase líquida. Ambas fases en contacto íntimo y el soluto o los solutos se difunden desde el sólido de la fase líquida, lo que permite una separación de los componentes originales del sólido. (Caldas A. 2012)

2.4.2 Factores que influyen sobre la velocidad de extracción

2.4.2.1 El tamaño de la partícula

El tamaño de la partícula afecta a la velocidad de extracción de diferentes maneras, cuanto más pequeño es el tamaño, mayor es el área de contacto entre el sólido y el líquido, por lo tanto, más elevada es la velocidad de transferencia de material.

Cualquiera que sea el método de extracción empleado, generalmente la materia prima (sólido) que contiene al soluto debe acondicionarse (corte trituración molienda) para propiciar el contacto con el solvente y facilitar su extracción.

Pero si el tamaño de la partícula es demasiado pequeño, se forman conglomerados que impiden la circulación de solvente entre las partículas y dificultan su separación del solvente provocando que las partículas de sólido puedan ser arrastradas con el tamaño óptimo de la partícula. (Caldas A. 2012).

2.4.2.2 Líquido extractor o solvente

Un disolvente o solvente es una sustancia en la que se diluye un soluto (un sólido, líquido o gas químicamente diferente), resultando en una solución, normalmente es el componente de una solución presente en mayor cantidad.

El líquido escogido debe ser un buen disolvente selectivo, con una viscosidad suficiente baja para que pueda circular con facilidad. (Caldas A. 2012)

El solvente empleado debe solubilizar al soluto

El solvente ideal es el agua (bajo costo, no toxico, no inflamable, no corrosiva)

El solvente empleado debe tener el mayor coeficiente de transferencia de masa posible

2.4.2.3 Temperatura de Extracción

La temperatura es una magnitud referida a las nociones comunes de calor medible mediante un termómetro, más específicamente, está relacionada directamente con la parte de la energía interna conocida como energía cinética, que es la energía asociada a los movimientos de las partículas de los sistemas, sea en un sentido traslacional, rotacional, o en forma de vibraciones. A medida que sea mayor la energía cinética de un sistema se observa que este se encuentra más caliente; es decir que su temperatura es mayor. (Caldas A. 2012)

En la mayor parte de los casos, la solubilidad del material que se está extrayendo aumenta con la temperatura ocasionando una mayor velocidad de extracción. Por tanto, la temperatura:

- Aumenta la solubilidad del soluto en el solvente
- Aumenta el coeficiente de difusión del solvente en las partículas del solido lo que provoca una mayor velocidad de extracción, sin embargo, temperaturas muy elevadas pueden deteriorar el producto o provocar la evaporación del solvente.
- Se debe encontrar la temperatura más adecuada para cada caso en particular, para este caso de extracción de taninos la temperatura de referencia máxima es 70°C.

2.4.2.4 La agitación del fluido

La agitación mecánica de un líquido, efectuada por lo general mediante un aparato giratorio, es adecuada en especial para dispersar sólidos, líquidos o gases en líquidos y se utiliza para muchas de las operaciones de transferencia de masa.

La agitación del disolvente es importante ya que aumenta la difusión de remolino, incrementando transferencia de material desde la superficie de las partículas hacia la masa de la disolución. Además, la agitación evita la sedimentación, con las suspensiones de pequeñas partículas y hace que se utilice una manera más eficaz la superficie de contacto.

2.4.2.5 Tiempo de extracción

El tiempo de extracción siempre es un factor muy importante y debe ser el necesario para permitir la separación de los compuestos de interés, aunque se debe prestar cuidado para que no sea excesivo.

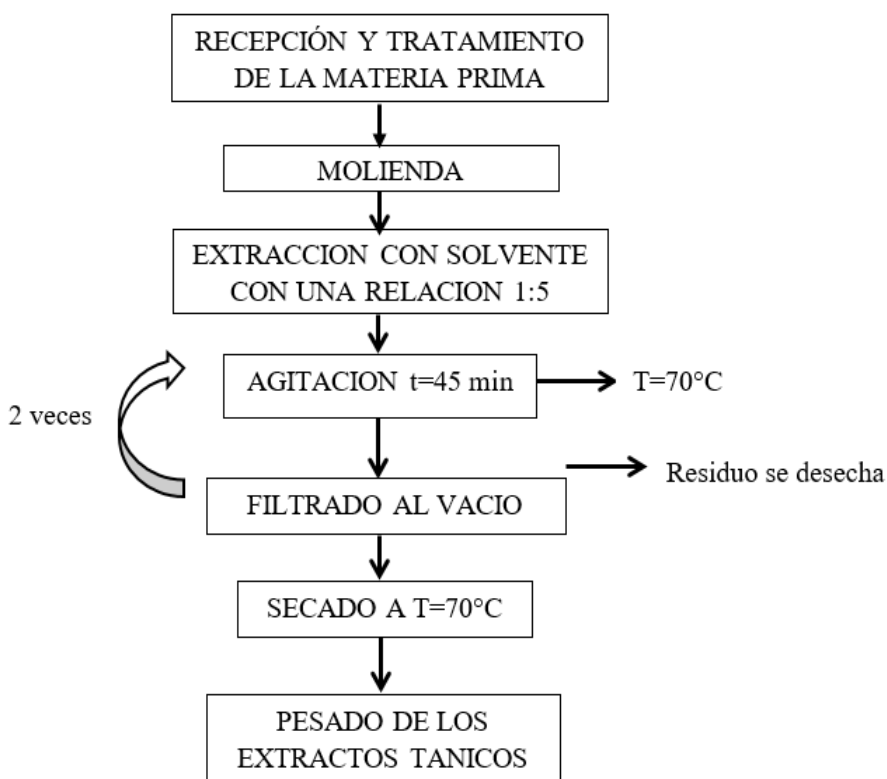
El tiempo de extracción está relacionado con el tamaño de la partícula y la calidad del solvente, para alcanzar un determinado rendimiento. Tiene su efecto en el tamaño de los equipos de extracción y en el costo de extracción. (Caldas A. 2012)

2.5 DESCRIPCIÓN DE LOS PROCESOS DE EXTRACCIÓN DE TANINOS ESCALA LABORATORIO

El proceso para la extracción de taninos; la fase experimental se desarrolla en el laboratorio de operaciones unitarias (LOU) de la Carrera de Ingeniería Química U.A.J.M.S. y abarca las siguientes etapas.

2.5.1 Extracción Acuosa por maceración dinámica con Solvente Sulfito de Sodio al 2%

Figura II-5 Proceso de extracción de taninos de semilla de uva con sulfito de sodio al 2%



Fuente: Elaboración Propia 2018

Este proceso de extracción es utilizado en la extracción de taninos de la pepa de uva producidos en bodegas de otros países como ser Chile que cuentan con laboratorios sofisticados, dando resultados satisfactorios.

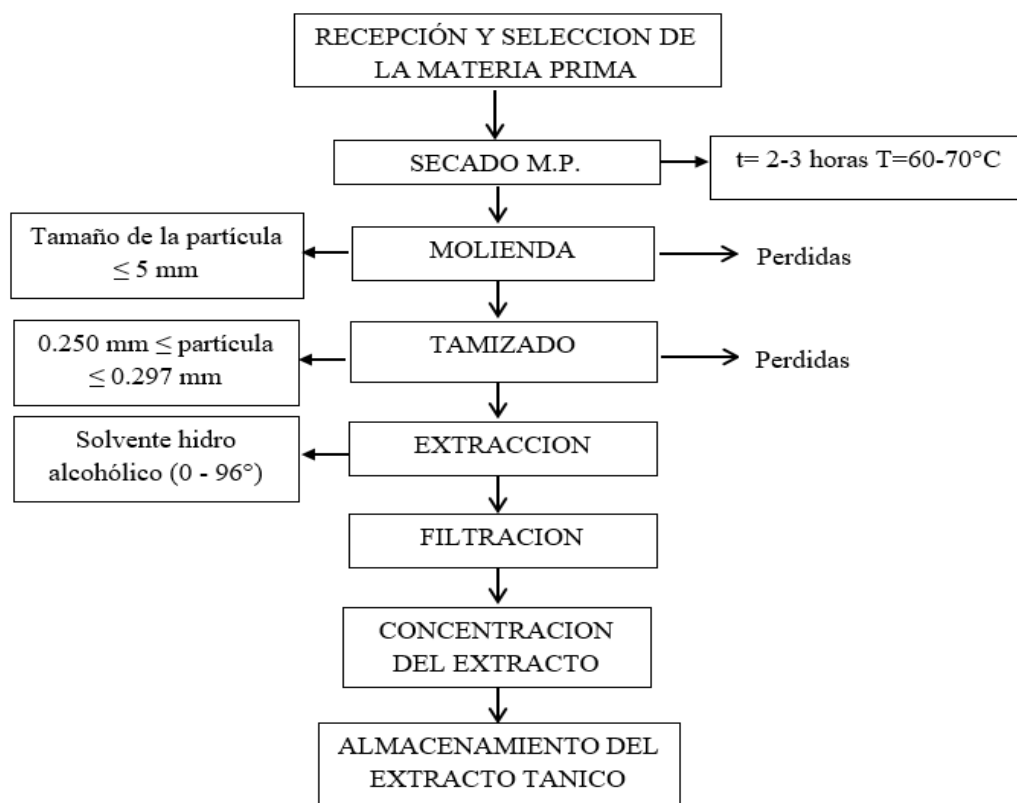
El método consiste en pesar una muestra seca y agregarla al reactor (Vaso precipitado), que contendrá solución acuosa de sulfito de sodio al 2% a 70°C, para obtener una relación de muestra – solvente de 1:5.

Realizar la extracción durante 45 minutos a 70°C, aplicando calentamiento mediante la utilización de la plancha de calentamiento con agitación, a continuación, se filtra el producto de la extracción.

Someter la muestra residual a dos extracciones más con el mismo solvente para cada una, en iguales condiciones. Se evapora el solvente del filtrado a 70°C, utilizando el agitador electromagnético. Secar el residuo a 70°C en el secador eléctrico.

2.5.2 Extracción de Taninos de semilla de uva por Maceración Dinámica con solvente hidroalcohólico

Figura II-6 Proceso de extracción de taninos de semilla de uva por maceración dinámica



Fuente: Elaboración Propia 2019

2.5.2.1 Acondicionamiento

Se procede a almacenar el orujo en depósitos, saquillos evitando el contacto con el suelo y lluvia, pero quedando expuestas al sol durante 7 días para secarlas y acondicionarlas para la separación manual de las semillas.

2.5.2.2 Selección

Se procede a seleccionar la materia prima semilla de uva en estado de madurez tomando como referencia el tamaño (mediano) y color (marrón oscuro) de las pepas recolectadas.

2.5.2.3 Secado de M. P

Se colocan por separado las pepas de uva en una estufa a 70 °C hasta estabilizarse a un valor menor al 10% de humedad, valor requerido para el proceso de molienda.

2.5.2.4 Molienda

Se colocarán las semillas a un molinillo eléctrico con un tamiz de tamaño de partícula menor o igual a 5 mm, el proceso se repetirá según la uniformidad del tamaño de partícula obtenido en la primera molienda.

2.5.2.5 Tamizado

Las muestras de semillas se tamizan en un Tamiz vibratorio del L.O.U. malla N°50 para ser retenida en un tamiz malla N°60 con lo que se obtendrá una harina con tamaño de partícula en un rango de 0.250 mm- 0.297 mm, posteriormente las muestras se almacenan en recipientes que la aíslan de la humedad ambiental.

2.5.2.6 Extracción

La extracción de taninos se realizará en la muestra de harina de semilla mediante una maceración dinámica. Las muestras se colocan en matraces con solvente hidroalcohólico a diferentes concentraciones (0 a 96°) a una relación determinada anteriormente entre soluto/solvente (1/5) y a distintas temperaturas de proceso; 25°C a 70°C, por un tiempo extracción de 2 horas. Para evitar resultados falsos-positivos se

agrega 15 gotas de una solución acuosa de NaCl al 10% a cada muestra, con el objetivo de precipitar compuestos no tánicos. (Rodríguez. 2014)

2.5.2.7 Filtración

La solución o suspensión resultante de la extracción se filtran al vacío en un embudo buchner y una bomba de vacío para ser depositados en envases estériles.

2.5.2.8 Concentrado

En esta etapa se tiene el extracto líquido, que es llevado a un rota vapor del L.O.U. para su concentrado a temperaturas menores de ebullición del solvente y recuperación del solvente hidroalcohólico a utilizar.

2.5.2.9 Almacenamiento del extracto

Finalmente, el extracto tánico concentrado obtenido se almacenará en frascos ámbar debido a las características de los taninos.

CAPÍTULO III
PARTE EXPERIMENTAL

3.1 METODOLOGÍA DE INVESTIGACIÓN

En este capítulo se describen los puntos que se deben tomar en cuenta para la realización del presente Proyecto de Investigación.

3.1.1 Descripción del método de investigación

La metodología empleada para la extracción de taninos de la semilla de uva fue por extracción sólido-líquido, es una operación unitaria que está referida a la disolución de uno o más componentes de una muestra sólida, por el contacto que se establece con un disolvente líquido. Se concentra el solvente y se recuperan los productos deseados, para esto debe haber contacto superficial directo entre ambas fases.

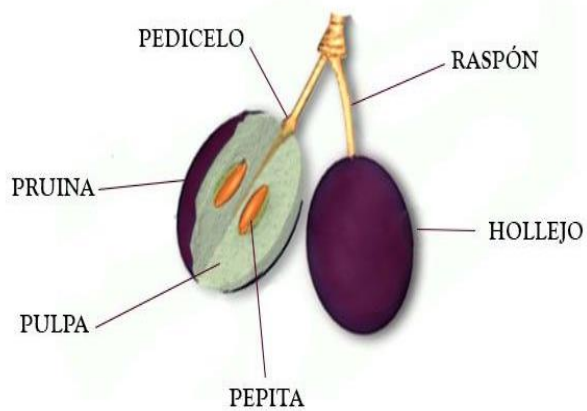
En el equipo de extracción con maceración dinámica, con ayuda de la parte experimental y el diseño factorial para determinar las variables de control más importantes en el proceso de extracción, la presente investigación brinda una alternativa para el aprovechamiento de estos residuos semilla de uva para la extracción de taninos.

El diseño experimental dependerá de nuestro propósito de investigación. No existe un modelo específico a seguir, sino la adecuación de modelos existentes según los criterios y las decisiones que se tome para la investigación.

3.2 DESCRIPCIÓN Y CARACTERÍSTICAS DE LA MATERIA PRIMA

En la mayoría de las industrias vitivinícolas de nuestra región el proceso de vinificaciones conlleva un proceso similar. Cuando concluye la fermentación alcohólica el mosto se somete a un prensado para extraer la totalidad del vino y separar el orujo del mismo. Dicho orujo es evacuado en grandes contenedores y sirven de nutrientes para el suelo de las viñas. Esto ocurre en la mayoría de las industrias vitivinícolas o bodegas. El presente Proyecto de Investigación brinda una alternativa de aprovechamiento de una parte de los residuos vitivinícolas, por lo tanto, se acopia una cantidad de orujo una vez concluida el prensado del mosto, el mismo que constituye la materia prima necesaria para llevar a cabo el proyecto.

Figura III-1 Anatomía de la uva



Fuente: Pillon A. 2019

Fotografía III-1 Materia prima semilla de uva



Fuente: Elaboración propia 2019

Al no contarse con la caracterización de la materia prima, se tomó un valor referencial a nivel internacional, como se observa en la Tabla III-1

Tabla III-1 Composición referencial de la semilla de la uva

Componente	Porcentaje (%)
Agua	25 – 45
Aceite	13 – 20
Taninos	4 – 6
Materia Seca	50-60

Fuente: Hidalgo J. 2003

3.3 DISEÑO EXPERIMENTAL

El Diseño Experimental es una serie de pruebas en las cuales se inducen variables de entrada de un proceso o sistema, de manera que, sean posibles observar, identificar y cuantificar las causas de los cambios en la respuesta de salida (Montgomery, 1991).

Con este diseño experimental se pretende determinar las variables correspondientes, para un alto rendimiento de extracción de taninos de la semilla de uva.

En un diseño experimental se manipulan una o más variables, vinculadas a las causas, para medir el efecto que tienen en otra variable de interés. El diseño experimental prescribe una serie de pautas relativas a qué variables hay que manipular, de qué manera, cuántas veces hay que repetir el experimento y en qué orden para poder establecer con un grado de confianza predefinido la necesidad de una presunta relación de causa-efecto.

3.3.1 Diseño Factorial

Las variables del diseño experimental para la investigación son:

a) Temperatura

Los estudios realizados reportan valores de temperaturas desde los 55°C hasta los 65°C para la extracción de taninos a partir de la semilla de uva por lo que se considera temperaturas dentro de ese rango. (Rodríguez J. 2014)

b) Concentración del solvente

Los estudios realizados reportan que la concentración de solvente, es una variable que permite conocer la cantidad de flavonoides extraídos a diferentes concentraciones de solvente con el fin de utilizar la concentración óptima. Se utiliza según fuentes bibliográficas entre 0-96 %. (Rodríguez J. 2014)

c) Tiempo de extracción

La variable tiempo relaciona la cantidad de flavonoide extraída a diferentes intervalos de tiempo de tal manera que se optimice las horas de trabajo, entre 120 y 180 min.

3.3.2 Niveles

Para determinar los niveles de los factores se toman en cuenta las referencias bibliográficas presentadas en el capítulo anterior.

En el presente proyecto se realiza un diseño factorial 2^k , en el cual se tiene 3 factores, a 2 niveles, con 2 repeticiones.

Factor A: Temperatura

Factor B: Tiempo

Factor C: Concentración

$N_{exp} = (N^{\circ} \text{ niveles } F_A * N^{\circ} \text{ niveles } F_B) * N^{\circ} \text{ repeticiones}$

$$N_{exp} = (2^3) * 2 = 16$$

Del cálculo se concluye que se realizaran 16 experimentos elementales a partir del diseño factorial igual a 2^3 .

Tabla III-2 Tabla de Factores y Niveles

FACTORES	NIVEL	
	BAJO (-)	ALTO (+)
A = Temperatura (°C)	55	65
B = Tiempo (horas)	2	3
C = Concentración (%)	70	96

Fuente: Elaboración Propia, 2019

Tabla III-3 Codificación de las variables

Nivel	Temperatura T, °C	Tiempo extracción t, h	Concentración %, °GL
1	0	0	0
2	1	1	1

Fuente: Elaboración propia, 2019

Tabla III-4 Plan de experimentación

MUESTRA	FACTOR A Temperatura (°C)	FACTOR B Tiempo (h)	FACTOR C Concentración (%)	RESPUESTA I Rendimiento(%)	RESPUESTA II Rendimiento(%)
1	-1	-1	-1	R ₁	R ₁
2	+1	-1	-1	R ₂	R ₂
3	-1	+1	-1	R ₃	R ₃
4	+1	+1	-1	R ₄	R ₄
5	-1	-1	+1	R ₅	R ₅
6	+1	-1	+1	R ₆	R ₆
7	-1	+1	+1	R ₇	R ₇
8	+1	+1	+1	R ₈	R ₈

Fuente: Elaboración Propia, 2019

3.4 SELECCIÓN DEL MÉTODO A UTILIZAR

Para la correcta selección de proceso para la extracción de taninos de semilla de uva, se desarrolla el diseño de matrices de decisiones, en las cuales se consideran como puntos de calificación a factores fundamentales del proceso tomando en cuenta que el mismo sea fácil de ejecutar y por supuesto con bajo costo.

Se realiza una tabla de criterios; que son factores claves para la ejecución de la investigación, con su ponderación respectiva. Se efectúa la evaluación de cada proceso en función de una tabla de calificación en un rango de valores para dichos criterios. Los procesos tecnológicos experimentales a valorar para la selección son: Extracción Acuosa con Sulfito de Sodio al 2% como Solvente y Extracción de Taninos por Maceración Dinámica solvente hidroalcohólico.

Los criterios considerados y su correspondiente ponderación se muestran en la Tabla III-5.

Tabla III-5 Tabla de criterios y ponderación

Factor evaluado	Comentarios	Ponderación
Aplicabilidad del proceso	Para las características del proceso, se desea que el proceso seleccionado pueda operar con una cantidad de materia determinada y que a la vez pueda tolerar variaciones.	5
Generación de subproductos con valor económico	En los procesos se genera subproductos que se les pueden dar un valor o uso.	20
Equipos	Se desea que para el proceso haya la disponibilidad de todos los equipos necesarios	20
Operación	Se desea que la operación sea simple, flexible y confiable, además que una persona con poca calificación pueda hacer la función de operador.	25

Costo	<p>Inversión inicial: se desea que el costo sea lo menor posible pero que también se cuente con una planta que sea eficaz en el proceso.</p> <p>Operación: Se desea un proceso con bajo costo de operación.</p> <p>Requerimiento de reactivos: se favorece al proceso que use una menor cantidad de reactivos.</p>	20
Impacto ambiental	Se favorecerá al proyecto que genere menor impacto ambiental	10

Fuente: Elaboración Propia, 2019

Tabla III-6 Escala de Puntuación del 1 a 10

Escala de Puntuación	Puntuación
Excelente	10
Muy Bueno	8
Buena	6
Regular	5
Mala	1

Fuente: Elaboración propia, 2019

Tabla III-7 Matriz de Calificación el Proceso de Extracción de Taninos

Factor Evaluado	Ponderación de factor (%)	Extracción Acuosa con Solvente Sulfito de Sodio al 2%			Extracción de Taninos Solvente Hidroalcohólico		
		Calif.	Fracción de Calif.	Pond. Final	Calif.	Fracción de Calif.	Pond. Final
Aplicabilidad del Proceso	5	10	1	5	10	1	5
Generación de subproductos con valor económico	20	6	0,6	12	6	0,6	12
Equipos	20	5	0,5	10	10	1	20
Operación	25	6	0,6	15	8	0,8	20
Costo	20	5	0,5	10	8	0,8	16
Impacto Ambiental	10	8	0,8	8	8	0,8	8
Total	100			60			81

Fuente: Elaboración propia, 2019

De acuerdo a los resultados en la matriz de calificación para seleccionar el proceso; la mejor opción como Método a aplicar es el de Extracción de Taninos por Maceración Dinámica con solvente hidroalcohólico, ya que tiene mayor puntaje con respecto a los factores evaluados.

3.5 DESCRIPCIÓN DE LOS EQUIPOS Y MATERIALES UTILIZADOS EN LA EXTRACCIÓN DE TANINOS DE SEMILLA DE UVA

Los equipos y materiales empleados durante el desarrollo de la parte experimental que se encuentran disponibles en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, se desarrollan a continuación.

3.5.1 Equipo de Maceración

Este equipo conocido como agitador magnético, marca Agimatic Rev-s se utilizó para la extracción del extracto tánico, programando el agitador magnético con los parámetros de variables de extracción, tanto la temperatura y las revoluciones por minuto.

Fotografía III- 2 Agitador magnético



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.2 Molino

Un molinillo de cuchillas de carácter doméstico es utilizado para la reducción de tamaño de la materia prima (semilla de uva), pues de esa forma se aumenta la superficie de contacto con el solvente, facilitando así el proceso de extracción. Este equipo está provisto de cuatro aspas metálicas.

Fotografía III-3 Molinillo eléctrico



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.3 Tamíz vibratorio

El tamíz vibratorio marca, Orto – Alresa se utilizó para la clasificación granulométrica de la muestra. Es un equipo de gran estabilidad sin necesidad de sujetar a la mesa de trabajo, está compuesto por un juego de mallas de acero inoxidable de 4, 2, 1, 0,5, 0,25, 0,063 mm y una bandeja de recipiente de muestra.

Fotografía III-4 Tamiz vibratorio

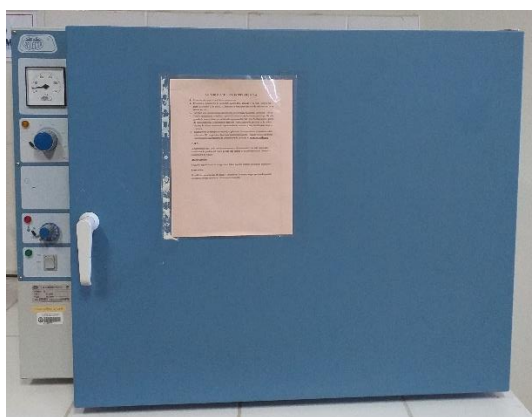


Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.4 Estufa

La estufa marca, J.P Selecta se utilizó para realizar el secado de la materia prima llegando a un contenido final de humedad entre 8-12 %. Este equipo es automatizado en el cual se introduce los parámetros de trabajo de temperatura en 65 °C, la distribución del calor en su interior es por convección natural.

Fotografía III-5 Estufa a Convección



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.5 Centrífuga

La centrífuga marca Meditronic BLS se utilizó para la separación de sólidos y cantidades de grasa en el extracto tánico previo llevado al rota evaporador. Este equipo es automatizado en el cual se trabajó con 2000 rpm y un tiempo de 10 minutos.

Fotografía III-6 Centrifugadora



Fuente: Laboratorio de operaciones unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.6 Rota Evaporador

Este equipo se utilizó para evaporar el solvente Etanol al 70-96 % de la mezcla con el extracto tánico, se calibró la variable de temperatura 45°C para el proceso.

Fotografía III-7 Rota Evaporador



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.5.7 Balanza Analítica

La balanza analítica marca, Gibertini se utilizó para el pesaje de la muestra durante todo el proceso de la extracción de taninos de la semilla de uva. Esta balanza consta de una pantalla digital y tiene una precisión de 0,001 gramos.

Fotografía III-8 Balanza analítica



Fuente: Laboratorio de operaciones unitarias (LOU) Ing. Química 2019

3.6 MATERIALES DE LABORATORIO

Material de Laboratorio utilizado en la parte experimental, que se muestra en la Tabla III-8 siguiente:

Tabla III-8 Material de laboratorio

Material	Especificación	Cantidad
Pipetas	Vidrio 25 ml y 5 ml	2
Vasos de precipitación	Vidrio 250 ml	2
Varillas de agitación	Vidrio	1
Pescaditos de imanes	Medianos	2
Termómetro de mercurio	Vidrio	1
Balón	Vidrio 250 ml	2
Embudos Buchner	Porcelana	1
Matraz Erlenmeyer kitsato	Vidrio 500 ml	1
Papel filtro	Pliegue	2

Papel aluminio	Rollo	2
Tubos de ensayo	Vidrio	6
Probeta	Vidrio 50 ml	1
Cápsulas	Porcelana 50 ml	8
Pipeta graduada	Vidrio 10 ml	1

Fuente: Elaboración Propia, 2019

3.7 REACTIVO DE EXTRACCIÓN

Se utiliza Etanol al 70-96 %; reactivo químico que cumple la función de solvente en la extracción de taninos de la semilla de uva.

El etanol (C_2H_5OH) es un líquido incoloro y de color característico e inmiscible en el agua. En la tabla siguiente se muestran las especificaciones del solvente.

Tabla III-9 Propiedades físico químico del Etanol

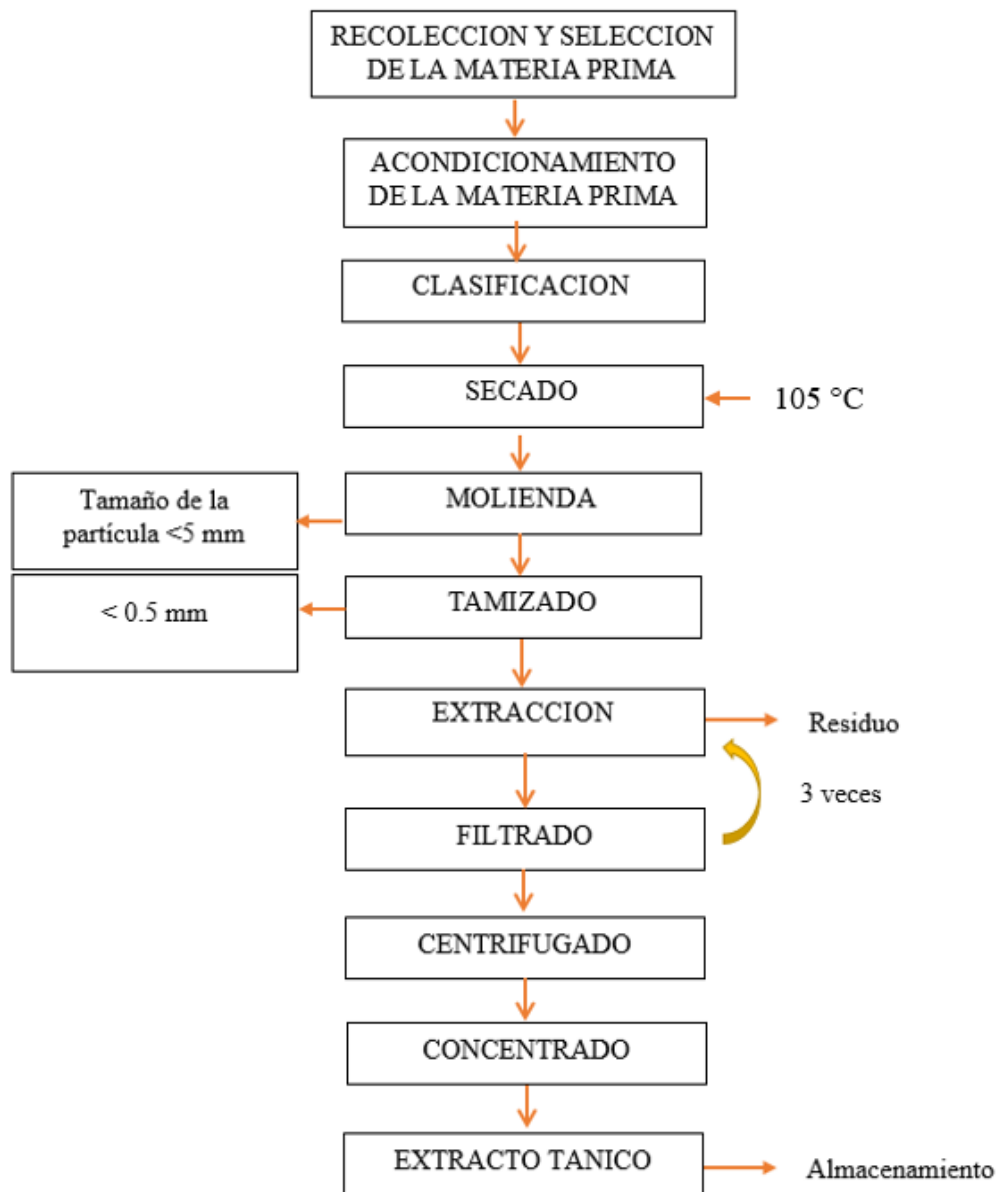
Aspecto	Transparente e incoloro	Punto de crítico	514 °K (241 °C)
Densidad	789 kg/ml, 0,789 g/ml	Presión crítica	63 atm
Masa Molar	46,07 g/mol	Viscosidad	1,074 mPa*s a 20 °C
Punto de ebullición	351,6 °K (78 °C)	Acidez	15,9 pKa
Punto de fusión	158,9 (-114 °C)	Solubilidad	Miscible con agua

Fuente: Elaboración Propia, de acuerdo a bibliografía

3.8 DESCRIPCIÓN DEL PROCESO EXPERIMENTAL DE EXTRACCIÓN

El proceso de extracción a escala laboratorio de taninos se presenta en el siguiente diagrama de bloques figura III-2.

Figura III-2 Proceso de extracción de taninos de semilla de uva por maceración dinámica con solvente hidroalcohólico



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.1 Recolección de la materia prima

La materia prima utilizada en la investigación, está constituida por semillas de uva de la variedad Tannat, Cabernet Sauvignon y Malbec que quedan con el orujo en contenedores grandes de plástico después del prensado y fermentado del vino. Las mismas fueron recolectadas en saquillos de polietileno de la Bodega ARANJUEZ situado en la provincia de Cercado, Tarija.

Figura III-3 Ubicación Geográfica de Recolección de la Materia Prima



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.2 Acondicionamiento de la materia prima

Para separar las semillas de uva es necesario apartarlas de los orujos fermentados, el cual es secado a temperatura ambiente aproximadamente entre 20-28° C, en las instalaciones del Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU). El orujo es extendido sobre saquillos de manera uniforme para un mejor secado. Posteriormente se procede a remover y voltear cada cierto tiempo para evitar el desarrollo microbiano; mohos y se tenga un secado uniforme.

Fotografía III-9 Acondicionamiento de la materia prima



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.3 Clasificación

Una vez seca la materia prima se procede a realizar el estrujado manual y luego para una mejor separación se utiliza el tamíz vibratorio del LOU, con una malla de 4 mm para realizar la operación de separación del hollejo de las semillas de uva, por un tiempo aproximado de 10 minutos, Por diferencia de tamaños se separan las semillas del resto de los sólidos de los orujos, luego se retiran las impurezas de menor tamaño manualmente como ser las semillas fragmentadas y otros que se rompen en el estrujado y prensado de la vinificación.

Fotografía III-10 Clasificación de la materia prima



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.4 Secado

Para tener un mejor molido y evitar el desarrollo microbiano de la materia prima, se la llevó a la estufa a una temperatura de 105°C, en un tiempo de 3 horas aproximadamente hasta alcanzar una humedad del 8 y 10 % para una condición óptima de la materia prima.

Fotografía III-11 Secado de la materia prima



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.4.1 Determinación del tiempo de secado

Para determinar el tiempo de secado de la materia prima, se procede a realizar una curva de secado. Se pesó una cantidad determinada de muestra, colocando ésta en una bandeja previamente tarada, llevando al secador a una temperatura de 105°C cada cinco minutos se procedió al pesaje de la materia prima.

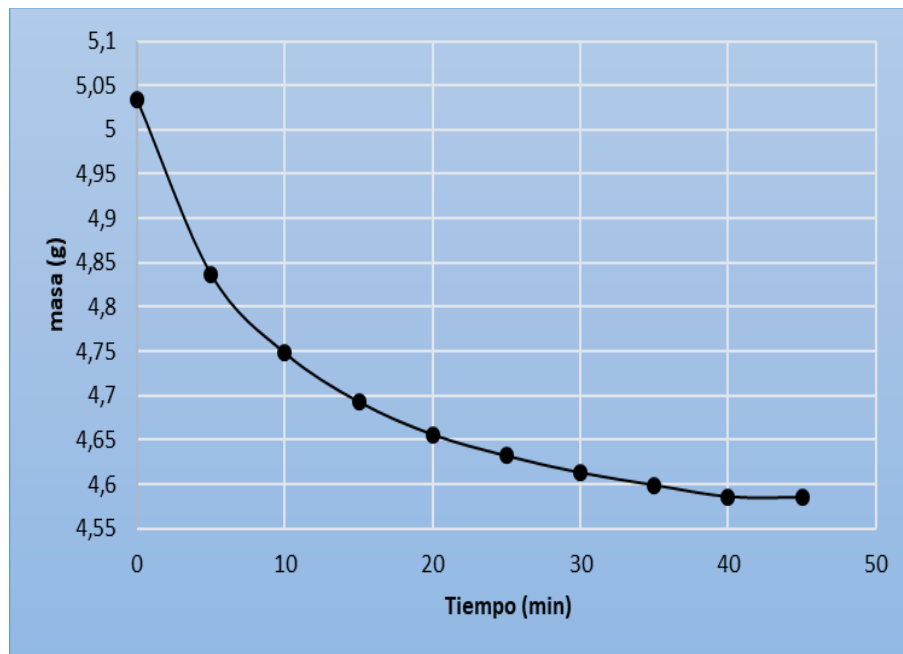
En la tabla III-10, se muestra la tabla de elaboración de curva de secado:

Tabla III-10 Datos de elaboración de la curva de secado a 105°C

Muestra (g)	Tiempo (min)	Porcentaje (%)
5,034	0	100
4,837	5	96,09
4,748	10	94,33
4,693	15	93,23
4,656	20	92,5
4,632	25	92,02
4,613	30	91,65
4,599	35	91,37
4,586	40	91,11
4,585	45	91,09

Fuente: Elaboración propia 2019

Grafica III-1 Curva de secado



Fuente: Elaboración propia 2019

Una vez determinado el tiempo de secado, cuyo tiempo es de 45 minutos se determina la humedad de la materia prima.

$M_{inicial}$ = masa inicial de la muestra semilla de uva húmeda

m_{final} = masa final de la muestra semilla de uva seca

$$\%HUMEDAD = \frac{m_{inicial} - m_{final}}{m_{inicial}} \times 100$$

Tabla III-11 Porcentaje de humedad de la materia prima

m inicial (g)	m final (g)	%Humedad (%)
20,001	18,297	8,519
20,001	18,222	8,894
20,001	18,274	8,634
20,002	18,302	8,499
20,001	18,338	8,314
20,001	18,359	8,209
20,001	18,378	8,114
20,001	18,326	8,374

Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.5 Molienda

Luego de la etapa de secado se procede con la molienda de la materia prima, en un molinillo eléctrico con capacidad de 250 gramos por un tiempo de 2 minutos hasta que alcance el diámetro de partícula que se requiere para el proceso.

Fotografía III-12 Molienda de la materia prima



Fuente: Elaboración propia 2019

3.8.6 Tamizado

Para determinar el tamaño de la partícula de la semilla molida se realiza un tamizado, empleando diferentes tamaños de malla en el tamíz del LOU.

Una vez molido la materia prima con el fin de tamizar y generar una extracción óptima, con un tamaño de 0,5 mm aproximado en el molinillo eléctrico. Los parámetros de control del Tamiz son los siguientes:

- Tiempo: 10 minutos
- Mallas: 1, 0,5 y 0,25, 0,063 mm y el colector.

La cantidad de materia prima seca molida, se utilizó para su clasificación de tamaño de partícula, obteniendo mayor porcentaje en la malla de 0,5 mm, tal como se muestra en la fotografía III-13 y la Tabla III-12, a continuación:

Fotografía III-13 Tamizado de la muestra molida y seca



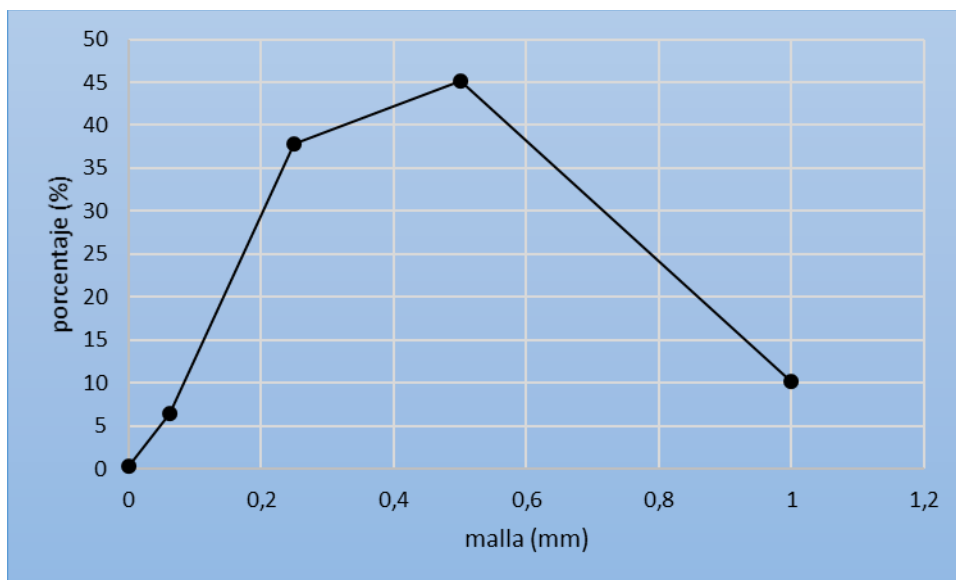
Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) 2019

Tabla III-12 Resultado de Granulometría

Malla (mm)	Peso Inicial Malla (g)	Peso Final Malla (g)	Peso Semilla (g) molida	%
1,0	434,618	438,708	4,090	10,225
0,5	450,542	468,574	18,032	45,080
0,25	421,555	436,686	15,131	37,827
0,063	390,035	392,634	2,599	6,498
Colector	464,731	464,879	0,148	0,370
Total			40,000	100,000

Fuente: Elaboración propia 2019

Gráfica III-2 Curva de Tamizado



Fuente: Elaboración propia 2019

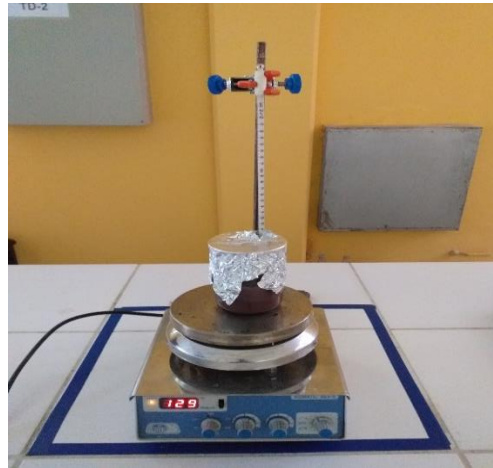
De la cantidad de masa en la malla de 0,5 mm se recauda el 45,080 % de masa, se obtuvo 18,032 gramos sobre 40 gramos totales. Se tomó la masa de mayor porcentaje para los experimentos establecidos, así también las masas de la malla 0,25, 0,063 mm para tener un mejor rendimiento en los experimentos.

Para obtener el rendimiento de la semilla de uva respecto a la masa de semilla molida de uva se calcula con siguiente formula:

$$R\% = \frac{\text{masa final}}{\text{masa inicial}} \times 100\%$$

3.8.7 Extracción

Para la extracción de taninos de la semilla de uva se utiliza el método de maceración dinámica. La relación materia prima-solvente es de 1:5. Se coloca en 20 gramos de la muestra molida en un vaso de precipitado de 250 ml. Luego se calienta entre 55°C y 65°C, en un tiempo de 120 y 180 min, con 100 ml de alcohol al 70 y 96 % como solvente.

Fotografía III-14 Equipo de extracción con maceración dinámica

Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) 2019

3.8.8 Filtración

Se utilizó papel filtro común y embudo buchner, con el fin de separar la fase sólida de la materia prima. Respecto a la fase líquida del extracto; esta última es necesaria para la concentración adecuada del solvente.

Fotografía III-15 Filtrado y Separado

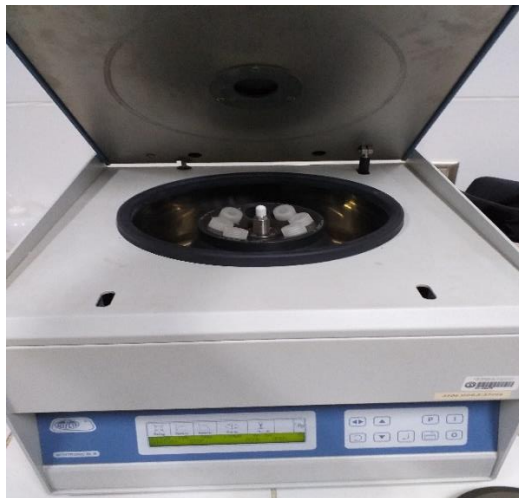
Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) 2019

El material es de papel filtro común, con un embudo Buchner de porcelana de 80 mm.

3.8.9 Centrifugado

La centrifugación de los extractos tánicos se realiza para la separación de sólidos y cantidades de grasa en el extracto, previo llevado al rota evaporador. Este equipo es automatizado en el cual se trabajó con 2000 rpm y un tiempo de 10 minutos.

Fotografía III-16 Centrifugado de las muestras



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) 2019

Consta de ocho tubos de 100 ml cada uno, se utilizaron 6 tubos de plástico para la separación en el extracto con la centrifuga.

3.8.10 Concentración

Se procede a la evaporación del solvente etanol del extracto líquido hasta concentrar el extracto tánico natural, con el equipo de rota evaporador donde los parámetros de control son:

- Temperatura de Baño: 45 °C
- RPM: 45

Fotografía III-17 Concentración del extracto tánico



Fuente: Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) 2019

El equipo consiste en una plancha calefactora para el Baño María y el sistema de rotación del balón de evaporación de un litro. Se reduce la presión atmosférica mediante la aplicación de una bomba de vacío permitiendo que el alcohol reduzca su punto de ebullición y sea separado del extracto tánico con un Baño María a la temperatura de 45°C. El solvente será recolectado del tubo de condensación en un balón de un litro.

3.8.11 Almacenamiento

El extracto tánico extraído durante la evaporación en el rota-evaporador, es recolectado en botellas de vidrio ámbar de 125 ml y almacenado a bajas temperaturas para su protección y respectivo análisis.

Fotografía III-18 Almacenamiento del extracto tánico



Fuente: Elaboración propia

3.9 OBTENCIÓN DE RESULTADOS

Para el presente trabajo de investigación, la metodología usada para la obtención de los resultados experimentales se detalla a continuación.

3.9.1 Análisis materia prima y producto final

3.9.1.1 Propiedades fisicoquímicas

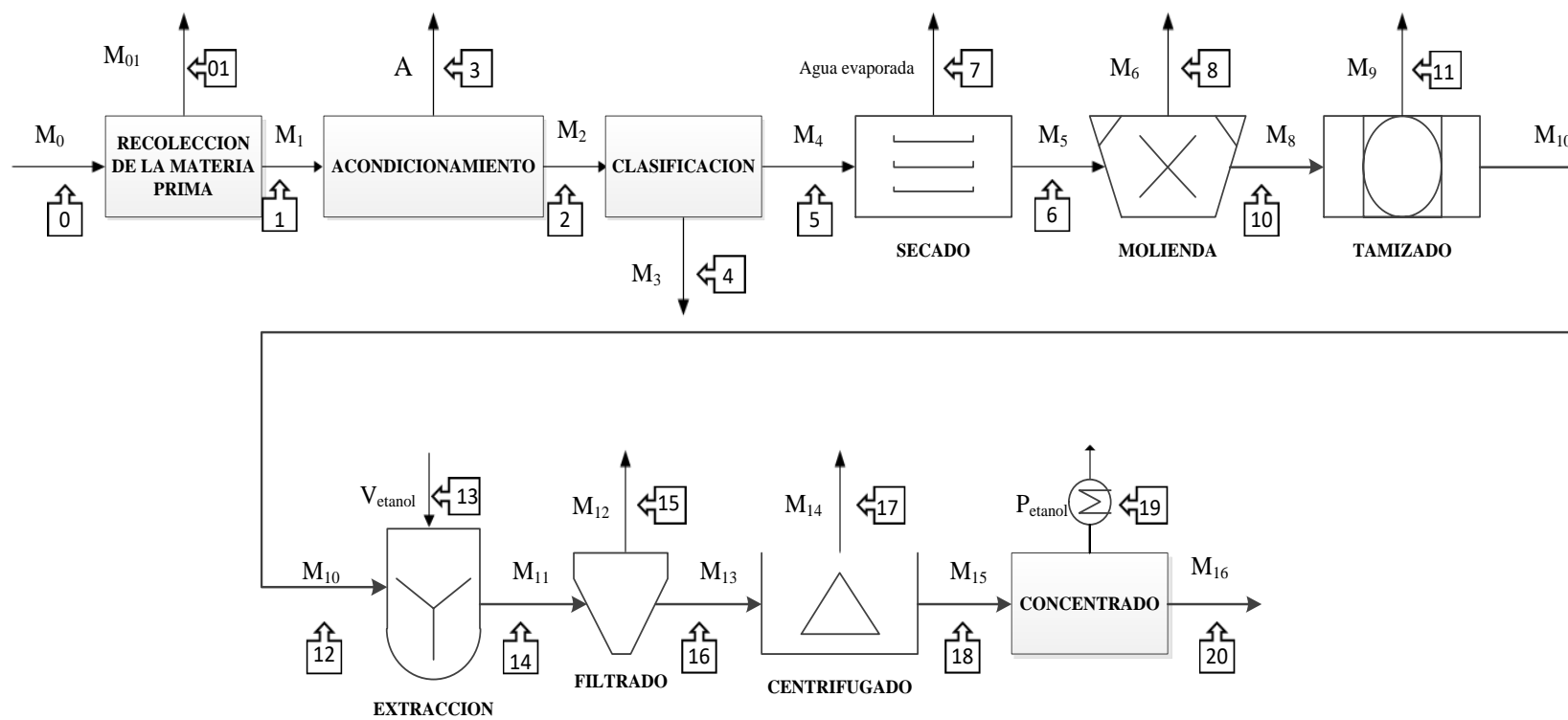
Los análisis se realizaron en el Centro de Análisis, Investigación y Desarrollo (CEANID), en el Laboratorio de Operaciones Unitarias (LOU) perteneciente al Departamento de Procesos Industriales de la Facultad de Ciencias y Tecnología dependientes de la Universidad Autónoma "Juan Misael Saracho".

3.10 DIAGRAMA DE FLUJO Y BALANCE DE MATERIA

El balance de materia proporciona datos sobre flujos intermedios y pérdidas en el proceso, ya sea por extracción, filtrado y/o tamizado.

Para el balance de materia se realizó la extracción a partir de 50,001 gramos de la materia prima. Posteriormente, en el proceso de extracción por maceración dinámica, se utilizó 20,001 g para cada experimento. El balance de materia se realiza, en el proceso de extracción en las condiciones más óptimas de rendimiento; a una relación de 1:5 soluto:solvente, 180 minutos y 65 °C.

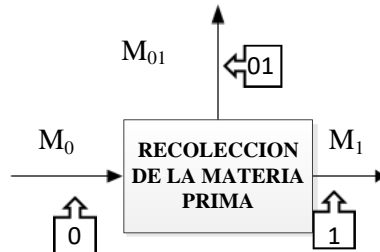
Diagrama de flujo III-1 Diagrama de Bloques-Flujo general



Fuente: Elaboración propia, 2019

3.10.1 Balance de materia

-Operación OP0-Recolección de la materia prima



Corriente de entrada 0

M_1 = Masa total recolectada de orujo = 200,002 g

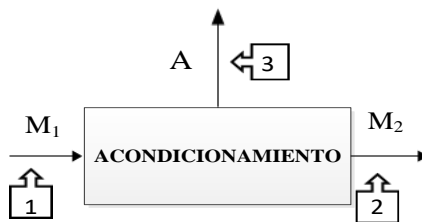
Corriente de salida 01

M_{01} = Masa perdida de orujo = 0,000 g

Corriente de salida 1

M_1 = Masa total de orujo = 200,002 g

- Operación OP1-Acondicionamiento



Corriente de entrada 1

$M_1 = \text{Masa total que ingresa de Orujo} = 200,002 \text{ g}$

Masa de hollejo representa el 70% del orujo

Masa total de hollejo = $200,001 * 0,7 = 140,001 \text{ g}$

Humedad = 49 %

Masa de hollejo seca = $140,001 * 0,51 = 71,400 \text{ g}$

Agua asociada de hollejo = $140,001 * 0,49 = 68,600 \text{ g}$

Corriente de salida 2

Masa de semilla representa el 30% del orujo

Masa total de semilla = $200,002 * 0,3 = 60,000 \text{ g}$

Humedad = 35 %

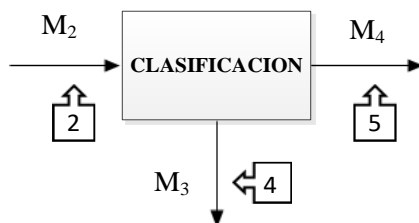
$M_2 = \text{Masa de semilla seca} = 60,000 * 0,65 = 39,000 \text{ g}$

Agua asociada de semilla = $60,000 * 0,35 = 21,000 \text{ g}$

Corriente de salida 3 (perdida)

$A = \text{Masa total de hollejo} + \text{Agua asociada de semilla}$

$A = 140,000 + 21,000 = 161,000 \text{ g}$

- Operación OP2-Clasificación

$$M_2 = M_3 + M_4$$

Corriente de entrada 2

M_2 = Masa de semilla que ingresa al tamiz = 39,000 g

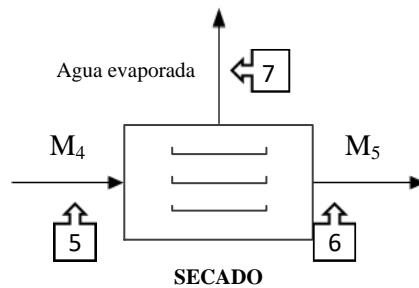
Corriente de salida 4

M_3 = Impurezas = 0,117 g

Corriente de salida 5

M_4 = Masa de semilla de salida del tamiz = $M_2 - M_3 = 39,000 - 0,117 = 38,883$ g

- Operación OP3-Secado



$$M_4 = A_{\text{evap}} + M_5$$

Para etapas siguientes del balance se inició con una nueva masa M_4 para la determinación de humedad, se obtuvo masa constante M_5 de semilla seca; de acuerdo a resultados experimentales se tiene:

Corriente de salida 5

M_4 = masa de semilla que ingresa al secado

Humedad $X_4 = 8,209$ %

$M_5 = 21,54$ g de semilla seca

Humedad $X_5 = 1,10 \%$

Balance general: $M_4 = A + M_5$

Despejando A: $A = M_4 - M_5$

Balance por componente agua: $M_4 * X_4 = M_5 * X_5 + A * X_A$

A es el vapor de agua; $X_A = 1$ $M_4 * X_4 = M_5 * X_5 + (M_4 - M_5)$

$$M_4 * (X_4 - 1) = M_5 * (X_5 - 1)$$

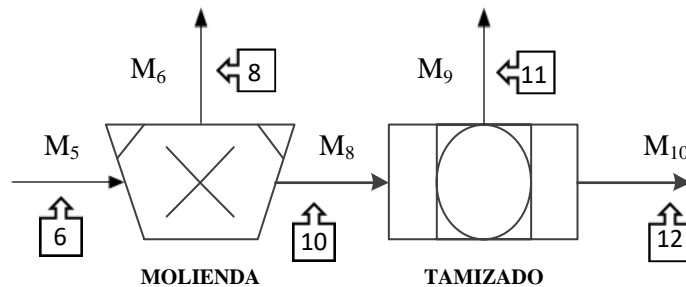
$$M_4 = 21,54 * (0,011 - 1) / (0,0820 - 1)$$

$$M_4 = 23,205 \text{ g de semilla Húmeda}$$

Corriente de salida 7

$$A = M_4 - M_5 = 23,205 - 21,54 = 1,665 \text{ g de agua}$$

- Operación OP4-Molienda y Tamizado



Corriente de entrada 6

$$M_5 = \text{Masa de semilla seca} = 21,54 \text{ g}$$

Corriente de salida 8

$$M_8 = 21,43 \text{ g}$$

$$M_5 = M_6 + M_8$$

$$M_6 = M_5 - M_8 = 21,54 - 21,43 = 0,110 \text{ g de perdida en molienda}$$

Corriente de salida 10

M_8 =Masa de semilla molida seca a Tamizar = 21,43 g

Corriente de salida 9

M_{10} = Masa molida seleccionada 20,001 g

$$M_8 = M_9 + M_{10}$$

$M_9 = M_8 - M_{10} = 21,43 - 20,001 \text{ g} = 1,429 \text{ g}$ de masa de semilla retenida en el tamizado

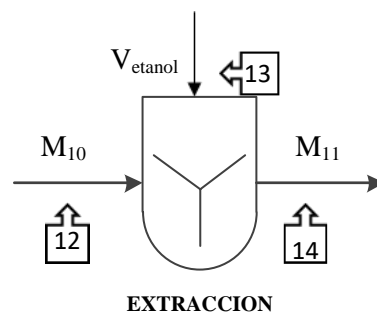
Rendimiento de la semilla molida seca

Para obtener el rendimiento de semilla molida seca, se inicia con $M_I = 38,883 \text{ g}$. de semilla de salida de la etapa de clasificación, después de realizar los cálculos de pérdidas respectivas que van en secuencia los cuales son; etapa de secado, molienda y tamizado proporcionando un nuevo valor de masa final de $M_F = 33,513 \text{ g}$

Por tanto, utilizando la fórmula de la página 47, el Rendimiento porcentual desde la semilla de uva a semilla molida seca es de 86,19 %.

$$R\% = \frac{\text{masa final}}{\text{masa inicial}} \times 100\%$$

$$R\% = \frac{33,513 \text{ g}}{38,883 \text{ g}} \times 100\% = 86,19 \%$$

- Operación OP5-Extracción

Balance General: $M_{10} + V = M_{11}$

$M_{10} = 20,001$ g de masa seleccionada para la extracción

$V_{\text{etanol}} =$ Masa de alcohol al 70% (Volumen a utilizar = 100 ml)

$\rho = 0,868$ g/ml al 70% v/v de etanol C_2H_5OH

$$d = m / v$$

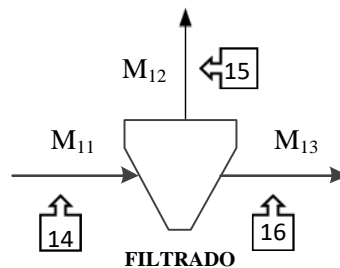
$$m = 0,868 \text{ g/ml} * 100 \text{ ml}$$

$$m = 86,8 \text{ g de etanol } C_2H_5OH$$

Corriente de salida 14

$M_{11} = M_{10} + V = 20,001 + 86,8 = 106,801$ g de extracto heterogénea (masa seleccionada + solvente)

- Operación OP6-Filtrado



$$M_{11} = M_{12} + M_{13}$$

Al no separarse totalmente la fase sólida de la líquida la cantidad del solvente remanente es:

M_{12} perdido = 3 ml de extracto

M_{13} extraído = $97 \text{ ml} * 0,868 \text{ g/ml} = 84,196$ g de masa extracto tánico

$M_{12} = M_{11} - M_{13} = 106,801 - 84,196 = 22,605$ g perdido de alcohol

Para corroborar la masa perdida en la filtración se tiene:

$$M_{12} = V \text{ ext. Conc.} * \rho \text{ ext. conc.}$$

$$M_{12} = 3 \text{ ml} * 0,868 \text{ g/ml}$$

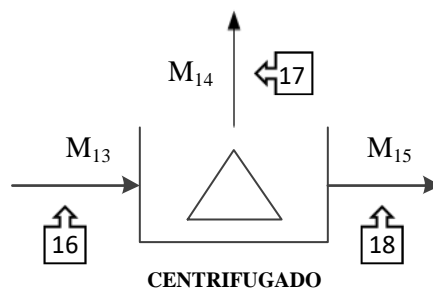
$M_{12} = 2,604 \text{ g.}$ de masa de extracto concentrado perdido

$M_{12} \text{ total} = \text{masa seleccionada} + \text{masa extracto concentrado perdido}$

$$M_{12} \text{ total} = 20,001 \text{ g.} + 2,604 \text{ g.}$$

$$M_{12} = 22,605 \text{ g.}$$

- Operación OP7-Centrifugado



Corriente de salida 17

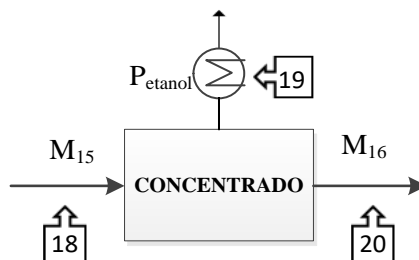
$M_{14} = \text{Masa perdida (grasa y sólidos en el extracto)} = 3,368 \text{ g}$

Corriente de salida 18

$$M_{13} = M_{14} + M_{15}$$

$$M_{15} = M_{13} - M_{14} = 84,196 - 3,368 = 80,828 \text{ g de extracto tánico}$$

- Operación OP8-Concentrado



$M_{15} = 80,828$ g. de extracto ingresa rota evaporador

$P_{\text{etanol}} = V = 74 \text{ ml} * 0,868 \text{ g/ml} = 64,232$ g. de alcohol

$M_{16} =$ (masa del extracto tánico)

$M_{15} = V + M_{16}$

$M_{16} = M_{15} - V$

$M_{16} = 80,828 - 64,232$

$M_{16} = 16,596$ g del extracto tánico concentrado

Tabla III-13 Resumen del Balance de Materia

Corriente	Etapas de Proceso para la Obtención de Extracto Tánico Concentrado	Flujos, g
	Operación OP0-Recolección de la materia prima	
M0	Masa total recolectada de orujo	200,002
M01	Masa perdida de orujo	0,000
M1	Masa total de orujo	200,002
	Operación OP1-Acondicionamiento	
M1	Masa total que ingresa de orujo	200,002
M2	Masa de semilla seca	39,000
A3	Masa total de hollejo + Agua asociada de semilla	161,000
	Operación OP2-Clasificación	
M2	Masa de semilla seca	39,000
M3	Impurezas	0,117
M4	Masa de semilla de salida del tamiz	38,883
	Operación OP3-Secado de la semilla	
M4	Semilla que ingresa al secado	23,205
A	Humedad de la semilla	1,665
M5	Masa de semilla seca	21,54
	Operación OP4-Molienda y Tamizado	

M5	Masa de semilla seca	21,54
M6	Pérdida de molienda	0,110
M8	Masa de semilla seca a Tamizar	21,43
M9	Masa de semilla retenida en el tamiz	1,429
M10	Masa de semilla seleccionada	20,001
	Rendimiento de la semilla molida seca	
M_I	Masa de semilla de salida del tamiz	38,883
M_F	Masa final de semilla molida seca	33,515
R%	Rendimiento de la semilla molida seca	86,19

	Operación OP5-Extracción	
M10	Masa seleccionada	20,001
V	Masa de alcohol al 70%	86,8
M11	Masa heterogénea de semilla + solvente	106,801
	Operación OP6-Filtrado	
M11	Masa heterogénea de semilla + solvente	106,801
M12	Masa perdida de alcohol	22,605
M13	Masa de extracto tánico	84,196
	Operación OP7-Centrifugado	
M13	Masa de extracto tánico ingresa a la centrifuga	84,196
M14	Masa perdida (grasa y sólidos en el extracto)	3,368

M15	Masa de extracto tánico salida de la centrífuga	80,828
	Operación OP8-Concentrado	
M15	Masa de extracto tánico ingresa al rota vapor	80,828
P	Masa de alcohol evaporado	64,232
M16	Extracto tánico concentrado	16,596

Fuente: Elaboración propia 2019

3.11 BALANCE DE ENERGÍA

Se realiza el balance de energía en el proceso de extracción en el agitador magnético, en el sistema rota-evaporación y evaporación condensación.

3.11.1 Balance de Energía en el agitador magnético

El agitador magnético tiene un máximo de velocidad de 1500 rpm a 80 Watt. Para obtener los watts a los que trabaja el agitador, se hace una relación entre las velocidades y energía utilizada, tomando en cuenta la velocidad de trabajo de 350 rpm.

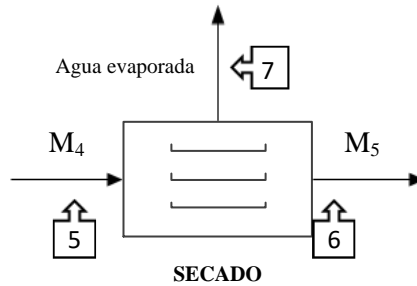
Potencia = 80W

Velocidad =1500 rpm

$$Q_1 = \frac{80 \text{ W} * 350 \text{ rpm}}{1500 \text{ rpm}} = 18,67 \text{ W} = 0,0187 \text{ Kw}$$

3.11.2 Balance de Energía en el secado

-Operación OP1-Secado



La energía transferida comprende:

- Calor sensible para aumentar la temperatura de la semilla de uva a la temperatura de secado.
- Calor latente para el cambio de fase del agua líquida a vapor.

Balance energético:

$$Q1 = Q_{sensible} + Q_{vaporización}$$

$$Q_{sensible} = M_5 * \Delta h_{sólido}$$

$$\Delta h_{sólido} = Cp_s(T_f - T_i) + X5 Cp_{agua}(T_f - T_i)$$

$$\Delta h_{sólido} = 2,220 \frac{Kj}{Kg^{\circ}K} ((273,15 + 105) - (273,15 + 25))^{\circ}K + 0,0820$$

$$* 4,184 \frac{Kj}{Kg^{\circ}K} ((273,15 + 105) - (273,15 + 25))^{\circ}K$$

$$\Delta h_{sólido} = 177,6 + 27,447$$

$$\Delta h_{sólido} = 205,047 \frac{Kj}{Kg}$$

$$Q_{sensible} = 0,0215 Kg * 205,047 \frac{Kj}{Kg}$$

$$Q_{sensible} = 4,417 Kj$$

$$Q_{\text{vaporización}} = M4 * (X4 - X5) * \Delta h_{\text{vap}}$$

La presión atmosférica en Tarija es de 1,013 bar que equivalen a 101,3 KPa. Por tablas termodinámicas se halla la entalpia de vaporización a esa presión.

$$\Delta h_{\text{vap agua}} = 2.258 \text{ Kj/Kg}$$

$$Q_{\text{vaporización}} = 0,0215 \text{ Kg} * (0,0820 - 0.0011) * 2.258 \text{ Kj/Kg}$$

$$Q_{\text{vaporización}} = 3,94 \text{ Kj}$$

Entonces el calor necesario para el proceso de secado es:

$$Q1 = 4,417 \text{ Kj} + 3,94 \text{ Kj}$$

$$Q1 = 8,357 \text{ Kj}$$

3.11.3 Balance de Energía en el Rota-evaporador

-Operación OP2- Rota-evaporador

Datos

$$T_{\text{baño}}: 45 \text{ °C}$$

$$T_{\text{inicial}}: 17 \text{ °C}$$

$$\text{Masa de agua de baño} = 3,6 \text{ Kg}$$

$$\text{Masa de extracto concentrado} = 16,825 \text{ g} = 0,0168 \text{ Kg}$$

$$\text{Masa de etanol} = 64,232 \text{ g} = 0,0642 \text{ Kg}$$

$$\text{Capacidad calorífica (Cp}_{\text{etanol}}) = 2,513 \text{ Kj/Kg}^{\circ}\text{C}$$

$$\text{Capacidad calorífica (Cp}_{\text{Agua}}) = 4,186 \text{ J/g}^{\circ}\text{C} = 4,186 \text{ Kj/Kg}^{\circ}\text{K}$$

$$\text{Calor latente } (\lambda_{\text{etanol}}) = 841 \text{ Kj/kg}$$

$$Q_{\text{entregado}} = Q_{\text{absorbido}}$$

$$Q_{\text{entregado}} = m_{\text{baño-agua}} * \Delta T * C_{p_{\text{agua}}}$$

$$Q_{\text{entregado}} = 3,6 \text{ Kg} * (45 \text{ °C} - 17 \text{ °C}) * 4,186 \text{ Kj/Kg°C}$$

Calor necesario para evaporar el solvente:

$$Q_{\text{entregado}} = 421,948 \text{ Kj}$$

$$Q_{\text{absorbido}} = (\Delta T * C_{p_{\text{OH}}} * m_{\text{OH}}) + (\Delta T * m_{\text{extracto}} * C_{p_{\text{extracto}}})$$

Calculando el Cp del extracto:

$$C_{p_{\text{extracto}}} = \frac{Q_{\text{absorbido}} - (\Delta T * C_{p_{\text{OH}}} * m_{\text{OH}})}{\Delta T * m_{\text{extracto}}}$$

$$C_{p_{\text{extracto}}} = \frac{421,948 \text{ Kj} - \left((45 \text{ °C} - 17 \text{ °C}) * 2,513 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg°C}} * 0,0642 \text{ Kg} \right)}{(45 \text{ °C} - 17 \text{ °C}) * 0,0168 \text{ Kg}}$$

$$C_{p_{\text{MEZCLA}}} = 887,4 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg°C}}$$

La potencia que se necesita para el baño según especificaciones técnicas del equipo es de 1320 W y por lo que el tiempo mínimo requerido es:

$$Q_{\text{entregado}} = \text{Potencia} * \text{tiempo} (s)$$

$$\text{Tiempo} = \frac{421,948 \text{ Kj}}{1,320 \text{ Kj/s}}$$

$$\text{Tiempo} = 319,65 \text{ s}$$

3.11.4 Balance de Energía en el condensador

Temperatura de salida del serpentín: 20°C, el agua necesaria para condensar el etanol es:

$$Q_3 = Q_4$$

$$Q_{\text{absorbido}} = Q_{\text{entregado}}$$

$$(\lambda_{OH} * m_{OH}) + (m_{OH} * Cp_{OH} * \Delta T) = m_{\text{agua de cond}} * \Delta T * Cp_{\text{agua}}$$

$$m_{\text{agua de cond}} = \frac{(m_{OH} * \lambda_{OH}) + (m_{OH} * Cp_{OH} * \Delta T)}{\Delta T * Cp_{\text{agua}}}$$

$$m_{\text{agua de cond}} = \frac{\left(0,0642 \text{ Kg} * 841 \frac{\text{Kj}}{\text{Kg}}\right) + (0,0642 \text{ Kg} * 2,513(45 - 20)^\circ\text{C})}{(20 - 17)^\circ\text{C} * 4,186 \text{ Kj/Kg}^\circ\text{C}}$$

$$m_{\text{agua de cond}} = 4,56 \text{ Kg}$$

$$Q_3 = 4,56 \text{ Kg} * \frac{4,186 \text{ Kj}}{\text{Kg}^\circ\text{C}} * (20 - 17)^\circ\text{C}$$

$$Q_4 = 57,26 \text{ Kj} * \frac{1\text{Kw}}{3600\text{Kj}} = 0,0159 \text{ Kw}$$

Tabla III-14 Resumen del Balance de Energía

	Etapas de Proceso para la Obtención del Colorante Natural	Flujos, Kj
	Operación OP1-Secado de la semilla	
Q sensible	Calor necesario para aumentar la temperatura de la masa de semilla a la temperatura de secado.	4,417
Q vaporización	Calor latente para el cambio de fase	3,94
Q1	Calor necesario en el proceso de secado	8,357
	Operación OP2- Rota-evaporador	
Q2	Calor necesario para evaporar el solvente	421,948
Q3	Calor necesario para condensar el solvente	57,26
Q4	Calor necesario para condensar el solvente	57,26

Fuente: Elaboración propia 2019

CAPÍTULO IV
RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 RESULTADOS DE LA MATERIA PRIMA

Los resultados del análisis fisicoquímico de la materia prima, se exponen en la Tabla IV-1.

Tabla IV-1 Composición de la Semilla de uva

Sustancia	Unidades	Porcentaje
Humedad	%	35,00
Taninos	%	6,00
Materia seca	%	59,00

Fuente: Elaboración propia (LOU), 2019

4.2 ANÁLISIS DEL PRODUCTO; EXTRACTO DE TÁNICO DE LA SEMILLA DE UVA

Las características de la materia prima utilizada en el presente proyecto de investigación, se detalla a continuación en la tabla IV-2.

Tabla IV-2 Características del extracto de tánico de semilla de uva

Extracto de tánico de la semilla de uva	
Parámetros	Resultado
Acidez (%)	0,26
Ceniza (%)	0,97
Densidad relativa (20°C)	0,9938
Grasa (%)	1,08
Humedad (%)	93,84
pH (20°C)	3,92
Sólidos Solubles (°Brix)	8,9
Sólidos Totales (mg/l)	6,16

Fuente: CEANID 2019

4.3 ANÁLISIS CUANTITATIVO DEL PORCENTAJE DE TANINOS CONDENSADOS EN LOS ENSAYOS

El análisis de porcentaje de taninos condensados se realizó mediante el método Stiasny. (Romero, 2012; Tezén, 2008)

4.3.1 Método Stiasny

Para la cuantificación de taninos se utilizó el método de Stiasny, como una forma indirecta de medir la concentración de compuestos flavonoides presentes, ya que de acuerdo con lo indicado por Yazaki (1993), el Número de Stiasny corresponde a la cantidad de poliflavonoides o taninos condensados que reaccionan con formaldehído en medio ácido y por definición, “los poliflavonoides o taninos condensados son polímeros multihidroxilados, basados en unidades flavonoides de 15 carbonos” (Pizzy y Mittal, 2000).

El Número de Stiasny es la relación entre el precipitado formado respecto a los sólidos totales y corresponde al porcentaje de taninos condensados del extracto. Este porcentaje se calcula multiplicando este número en fracción por el rendimiento en sólidos obtenidos en cada extracto.

4.3.1.1 Procedimiento

El Número de Stiasny es un método gravimétrico que consiste en agregar 10 ml de formaldehído al 37 % y 5 ml de ácido clorhídrico concentrado a 50 ml de extracto. La mezcla se deja en ebullición durante 30 min, el precipitado formado se separa sobre un filtro de vidrio de porosidad media, se lava con agua caliente, se seca a peso constante y se cuantifica. En otros 50 ml de extracto se determina la cantidad de sólidos totales, evaporándolos a sequedad y pesando. El número de Stiasny es la relación entre el precipitado formado con respecto a los sólidos totales y corresponde al porcentaje de taninos condensados en el extracto. El porcentaje de taninos condensados en la corteza se calcula multiplicando este número en fracción, por el rendimiento en sólidos obtenidos en cada extracto, de acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Numero de Stiasny} = \frac{\text{PP} \times 100}{\text{PR}}$$

Donde:

PP: Peso del precipitado en (g)

PR: Peso del residuo (solidos totales) del extracto

$$\text{TC} = \frac{\text{NS} \times \text{ET}}{100}$$

Donde:

TC: Porcentaje de taninos condensados

NS: N° Stiasny

ET: Porcentaje de extracto total (rendimiento %)

Tabla IV-3 Resultados de análisis de taninos condensados I

MUESTRA	Peso del precipitado (g)	Peso del residuo (g)	N° Stiasny (%)	Rendimiento extracto total (%)	Taninos condensados I (%)
1A	0,143	0,522	27,542	5,221	1,438
2A	0,250	0,371	67,384	7,119	4,797
3A	0,125	0,295	42,469	5,649	2,399
4A	0,169	0,287	58,881	8,869	5,222
5A	0,372	0,425	87,438	7,789	6,810
6A	0,348	0,366	94,980	8,549	8,119
7A	0,243	0,443	54,869	9,979	5,475
8A	0,193	0,215	89,342	7,909	7,066

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-4 Resultados análisis de taninos condensados II

MUESTRA	Peso del precipitado (g)	Peso del residuo (g)	Nº Stiasny (%)	Rendimiento extracto total (%)	Taninos condensados II (%)
1B	0,223	0,482	46,265	4,819	2,229
2B	0,206	0,372	55,376	7,129	3,947
3B	0,103	0,303	33,993	5,804	1,972
4B	0,218	0,416	52,403	9,134	4,786
5B	0,257	0,296	86,824	7,814	6,784
6B	0,321	0,359	89,587	8,379	7,504
7B	0,199	0,339	58,702	7,624	4,475
8B	0,153	0,197	77,664	7,219	5,606

Fuente: Elaboración propia, 2019

Los análisis fueron realizados por duplicado en todos los ensayos.

4.4 ANÁLISIS CUALITATIVO DE LOS TANINOS CONDENSADOS

Para el reconocimiento de taninos existen diferentes pruebas colorimétricas que consisten básicamente en la adición de diversas sustancias a la muestra en estudio y de acuerdo a la coloración que ésta adquiere, se determina la presencia de taninos en su estructura. (Cortéz, 2012)

Para una mejor comparación de los análisis cualitativos se realizan las pruebas con dos tubos de ensayo como testigos uno sin filtrar y otro filtrado para una mejor perspectiva de los precipitados.

Tabla IV-5 Pruebas colorimétricas para Taninos

Reactivo	Tipo de tanino	Coloración
Cloruro Férrico (FeCl_3)	Galo y Elagitaninos	Azul-negro
	Taninos condensados catecol	Verde-grisáceo
Ácido Clorhídrico (HCl)	Flobafenos rojos o rojo catequico	Rojo-vino

Fuente: Elaboración propia

Para la determinación cualitativa de taninos condensados, se utilizó dos pruebas por cambio de color, las cuales son:

4.4.1 Prueba Cloruro férrico FeCl_3

Los resultados obtenidos en esta prueba nos indica la presencia de taninos en el extracto que, por acción del cloruro férrico, la aparición de una coloración verde – grisácea da presencia de taninos del tipo condensado (catecol). Este análisis se lo realizó con el extracto filtrado, y con el testigo número dos para diferenciar los colores.

Fotografía IV-1 Prueba Cloruro férrico FeCl_3



Fuente: Elaboración propia 2019

4.4.2 Prueba Ácido Clorhídrico HCl

Los resultados obtenidos dan una coloración rojo-vino en el extracto sin filtrado y color rojo-naranja en el extracto filtrado.

Fotografía IV-2 Prueba Ácido Clorhídrico HCl



Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-6 Pruebas de Identificación para Taninos

Reactivo	Tipo de tanino	Identificación
Gelatina Enológica	Tanino	precipitado
Gelatina Enológica-cloruro de sodio (NaCl)	Tanino catequico	precipitado
Acetato de plomo-Ácido acético	Tanino	precipitado

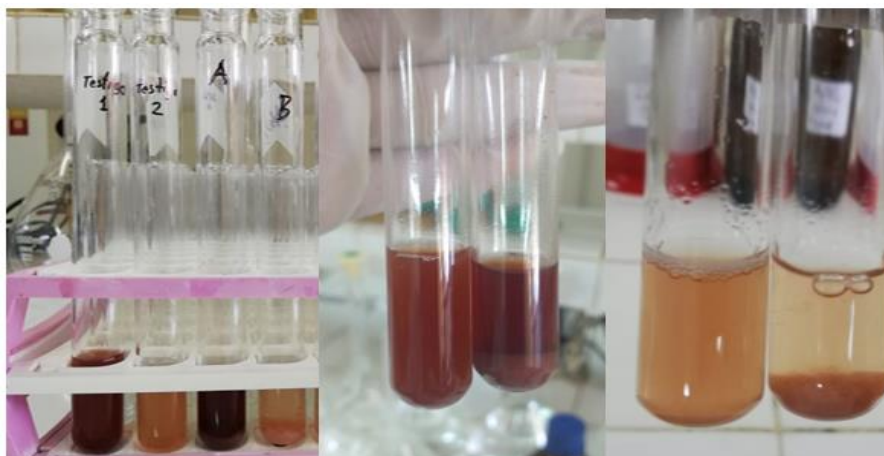
Fuente: Elaboración propia, 2019

Para identificar taninos condensados, se utilizan tres pruebas de identificación por cambio de color, las cuales son:

4.4.3 Prueba Gelatina enológica

Los resultados obtenidos en esta prueba dan un precipitado color blanco-café en el extracto sin filtrar tubo de ensayo A y un color blanco en el extracto filtrado tubo de ensayo B, la cual indica la presencia de taninos.

Fotografía IV-3 Prueba Gelatina enológica

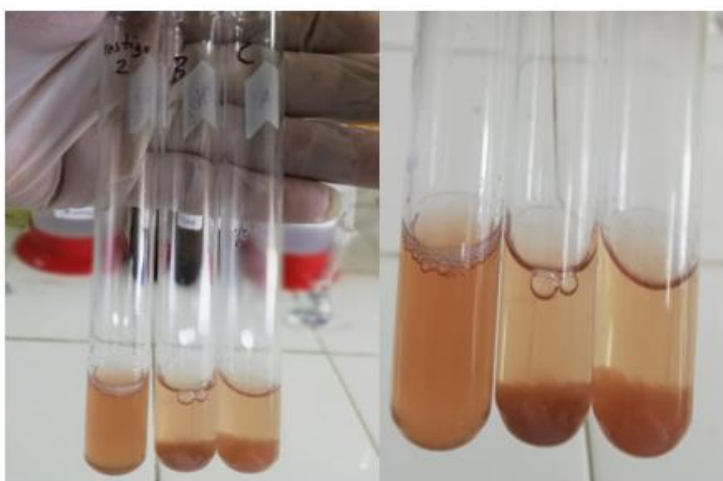


Fuente: Elaboración propia 2019

4.4.4 Prueba Gelatina enológica-Cloruro de Sodio (NaCl)

Los resultados de esta prueba pertenecen al tubo de ensayo C que dan un precipitado de color blanco en el extracto filtrado, pero en mayor proporción que en el de la prueba de gelatina.

Fotografía IV-4 Prueba Gelatina enológica-Cloruro de Sodio (NaCl)



Fuente: Elaboración propia, 2019

4.4.5 Prueba Acetato de plomo-Ácido acético

Los resultados de esta prueba dan un precipitado de color blanco-café en el extracto sin filtrar, la cual nos indica la presencia de taninos condensados tipo catequicos flabataninos.

Fotografía IV-5 Prueba Acetato de plomo-Ácido acético



Fuente: Elaboración propia, 2019

4.5 ANÁLISIS ESTADÍSTICO DEL DISEÑO EXPERIMENTAL

Para el procedimiento estadístico de los datos del diseño factorial, se utiliza el programa SPSS (Statistical Package for the Social Sciences) el cual permite un tratamiento integrado de todas las fases que conlleva el análisis de datos, obteniéndose resultados más confiables y representativos.

En la tabla IV-7 se muestran los resultados obtenidos de manera experimental dentro del proceso de extracción de taninos de la semilla de uva, ejecutados de acuerdo al diseño factorial que fue elaborado para tal caso.

Tabla IV-7 Datos experimentales del proceso de extracción de taninos de 20 g de semilla de uva

N° de Ensayos	Factores			Rendimiento
	Temperatura	Tiempo	Concentración	
1	-1	-1	+1	1,438
2	+1	-1	+1	4,797
3	-1	+1	+1	2,399
4	+1	+1	+1	5,222
5	-1	-1	-1	6,810
6	+1	-1	-1	8,119
7	-1	+1	-1	5,475
8	+1	+1	-1	7,066
9	-1	-1	+1	2,229
10	+1	-1	+1	3,947
11	-1	+1	+1	1,972
12	+1	+1	+1	4,786
13	-1	-1	-1	6,784
14	+1	-1	-1	7,504
15	-1	+1	-1	4,475
16	+1	+1	-1	5,606

Fuente: Elaboración Propia 2019

El tanino de semilla de uva se obtuvo en el proceso de extracción, empleando la temperatura, tiempo y concentración, siendo -1 el valor menor y +1 el valor mayor, combinando todos los factores de extracción. El mayor porcentaje de taninos se obtiene trabajando con una temperatura mayor, menor tiempo y concentración menor, siendo este rendimiento del 8,119 %.

4.5.1 Análisis de Varianza Univariante

Se realiza un Análisis de Varianza Univariante, para poder determinar la influencia de los factores, temperatura, tiempo y concentración, verificando si todos los factores y sus combinaciones son significativos respecto a la variable respuesta rendimiento de taninos según muestra la tabla de rendimiento.

Los factores inter- sujetos se muestran en la tabla IV-8, con la codificación de cada nivel.

Tabla IV-8 Factores Inter-Sujeto

Factor	Nivel	N°
Temperatura	-1,00	8
	1,00	8
Tiempo	-1,00	8
	1,00	8
Concentración	-1,00	8
	1,00	8

Fuente: Elaboración Propia 2019

Tabla IV-9 Análisis de varianza (ANOVA) aplicado a los datos experimentales del proceso de extracción de taninos de la semilla de uva

Dependent Variable: RENDIMIENTO

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	62,405 ^a	6	10,401	35,774	,000
Intercept	386,407	1	386,407	1329,049	,000
TEMPERATURA	14,948	1	14,948	51,413	,000
TIEMPO	1,338	1	1,338	4,602	,060
CONCENTRACION	39,216	1	39,216	134,883	,000
TEMPERATURA * TIEMPO	,098	1	,098	,338	,576
TIEMPO *	4,583	1	4,583	15,763	,003
CONCENTRACION					
TEMPERATURA *	2,222	1	2,222	7,644	,022
CONCENTRACION					
Error	2,617	9	,291		
Total	451,429	16			
Corrected Total	65,022	15			

a. R Squared = ,960 (Adjusted R Squared = ,933)

SPSS 18.0

Se puede observar que el efecto de la variable tiempo y temperatura*tiempo no son significativas, por lo que se lo desprecia posteriormente. En cuanto a las demás variables e interacciones influyen sobre el porcentaje de taninos extraídos de la semilla de uva, esto se debe a que el nivel de significancia es menor al 5% o 0,05, lo que implica la posibilidad de que las variables sean significativas sobre el proceso de extracción con una confianza del 95%.

Tabla IV-10 Variables introducidas/eliminadas

Modelo	Variables introducidas	Variables eliminadas	Metodo
1	TEMPCONC, TIEMPCONC, CONCENTRACION, TEMPERATURA ^a	-	Introducir

a. Todas las variables solicitadas introducidas.
SPSS 18.0

En la Tabla IV-10 se muestran las variables introducidas y eliminadas a través del programa, pero al ser significativas todas las variables no se elimina ninguna de ellas.

4.5.2 Determinación del modelo matemático

Para poder determinar el modelo matemático al que se adecua nuestros datos obtenidos de la parte experimental, se realiza una regresión con todas las variables significativas; temperatura, concentración, tiempo*concentración y temperatura*concentración y como variable dependiente el rendimiento de taninos que se muestran en la tabla:

Tabla IV-11 Variables para la regresión

N°	Variables independientes				Variable Dependiente
	Temperatura	Concentración	Tiempo Concentración	Temperatura Concentración	Rendimiento obs.
1	-1	+1	-1	-1	
2	+1	+1	-1	+1	
3	-1	+1	+1	-1	
4	+1	+1	+1	+1	
5	-1	-1	+1	+1	
6	+1	-1	+1	-1	
7	-1	-1	-1	+1	
8	+1	-1	-1	-1	
9	-1	+1	-1	-1	
10	+1	+1	-1	+1	
11	-1	+1	+1	-1	
12	+1	+1	+1	+1	
13	-1	-1	+1	+1	
14	+1	-1	+1	-1	
15	-1	-1	-1	+1	
16	+1	-1	-1	-1	

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-12 Resumen del Modelo Matemático

Modelo	R	R Cuadrado	R Cuadrado corregida	Error tip. de la estimación
1	,968 ^a	,938	,915	,60699

a. Predictors: (Constant), TEMPCONC, TIEMPCONC, CONCENTRACION, TEMPERATURA
SPSS 18.0

El análisis de varianza; Anova en la tabla IV-13 muestra un nivel de significación que tiende a cero, demostrando que el modelo matemático escogido es el correcto.

Tabla IV-13 Resultado del análisis Anova

Model		Sum of Squares	Df	Mean Square	F	Sig.
1	Regression	60,969	4	15,242	41,369	,000 ^a
	Residual	4,053	11	,368		
	Total	65,022	15			

a. Predictors: (Constant), TEMPCONC, TIEMPCONC, CONCENTRACION, TEMPERATURA
SPSS 18.0

En la tabla IV-13 se muestran los coeficientes del modelo matemático del rendimiento de taninos.

Tabla IV-14 Coeficientes del Modelo Matemático

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes estandarizados	t	Sig.	Intervalo de confianza para B al 95,0%	
	B	Std. Error	Beta			Limite inferior	Limite superior
		Beta					
(Constante)	4,914	,152		32,385	,000	4,580	5,248
TEMPERATURA	,967	,152	,479	6,370	,000	,633	1,301
CONCENTRACION	-1,566	,152	-,777	-10,317	,000	-1,900	-1,232
TIEMPCONC	,535	,152	,265	3,527	,005	,201	,869
TEMPCONC	,373	,152	,185	2,456	,032	,039	,707

a. Dependent Variable: RENDIMIENTO

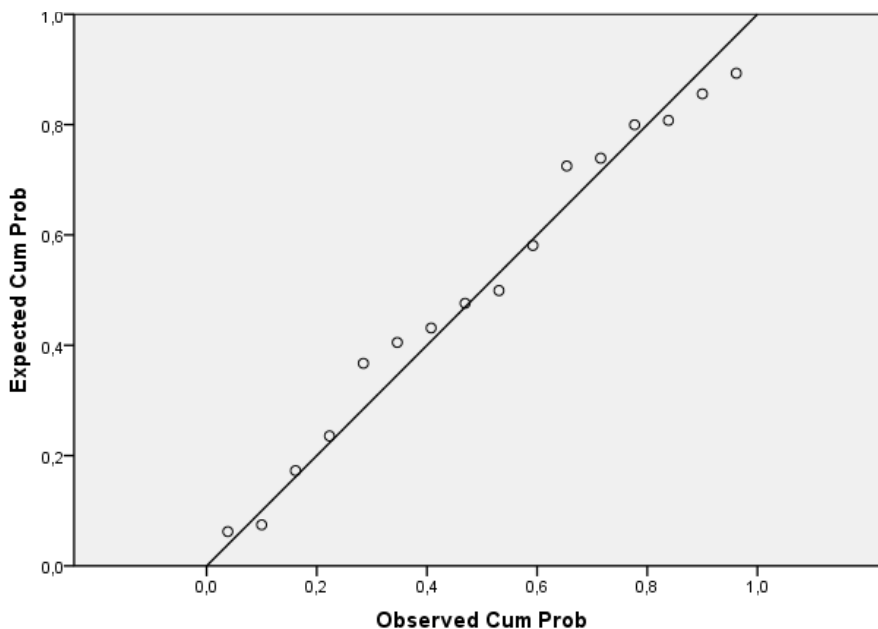
SPSS 18.0

Se determina que el modelo matemático ajustado para el proceso de extracción, que correlaciona el porcentaje de taninos extraído temperatura, concentración, tiempo*concentración, temperatura*concentración para el caso estudiado es el siguiente:

$$\text{Rendimiento} = 4,914 + 0,967 \text{ Temperatura} - 1,566 \text{ Concentración} + 0,535 \text{ Tiempo concentración} + 0,373 \text{ Temperatura concentración}$$

Por lo tanto, el rendimiento está en función a la concentración, siendo este signo negativo, es decir mientras sea menor la concentración del solvente y la temperatura mayor, se va favoreciendo el rendimiento de los taninos.

En la gráfica IV-1 se puede observar el modelo escogido y la posición de los puntos respecto al modelo, algunos puntos no se ajustan al modelo, sin embargo, según el análisis Anova no es muy significativo el desajuste, motivo por el cual el modelo escogido es correcto.

Grafica IV-1 Modelo lineal

Fuente: SPSS 18.0

Según el modelo lineal; se obtiene un nuevo rendimiento, recibe el nombre de rendimiento modelo, el que a continuación se grafica junto al rendimiento observado que fue obtenido de cada experimento, para poder verificar el ajuste de la ecuación al modelo matemático.

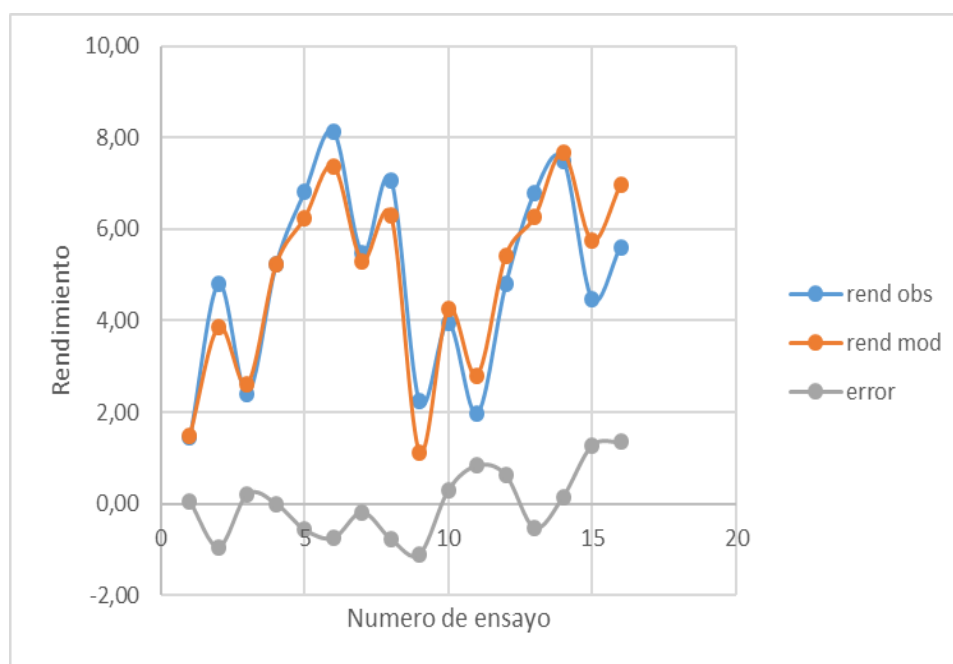
Tabla IV-15 Resultado de Rendimientos de Taninos

N°	Rendimiento observado	Rendimiento Modelo	Error
1	1,44	1,49	0,05
2	4,80	3,86	-0,94
3	2,40	2,61	0,21
4	5,22	5,22	0,00
5	6,81	6,24	-0,57
6	8,12	7,38	-0,74
7	5,48	5,29	-0,19
8	7,07	6,30	-0,77
9	2,23	1,13	-1,10
10	3,95	4,25	0,30
11	1,97	2,81	0,84

12	4,79	5,42	0,63
13	6,78	6,26	-0,52
14	7,50	7,66	0,16
15	4,48	5,75	1,27
16	5,61	6,96	1,35

Fuente: Elaboración propia 2019

Grafica IV-2 Rendimientos Observado, Modelo y Error



Fuente: Elaboración propia 2019

4.6 PRESUPUESTO/COSTO DEL PROYECTO

Para determinar el presupuesto de investigación se hace la evaluación de costos directos, que se realizan durante la elaboración de todo el proyecto.

Las siguientes tablas muestran los detalles de los costos indirectos.

Tabla IV-16 Detalle de costos de materia prima, solventes y reactivos

Ítem	Descripción	Unidad	Cantidad	Valor unitario(Bs)	Valor total(Bs)
Materia prima	Orujo	Kg	30	-	-
Solvente	Etanol	L	15	8	120
	Agua destilada	L	5	5	25
Reactivos	Cloruro de sodio	Kg	0,5	-	80
	Ácido clorhídrico conc.	ml	200	-	-
	Cloruro Férrico	g	10	-	-
	Formaldehido 37%	ml	250	-	-
	Gelatina enológica	g	50	-	40
	Acetato de Plomo	g	50	-	30
	Ácido Acético	ml	10	-	-
	Subtotal (a)				295

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-17 Detalle de costos de materiales

Item	Descripción	Unidad	Cantidad	Costo Unitario(Bs)	Costo total(Bs)
Papel filtro	media	pliegue	5	4	20
Botellas de vidrio ambar	1000 ml	pza	2	30	60
	500 ml	pza	2	25	50
	150 ml	pza	16	10	160
Vaso precipitado	250 ml	pza	2	35	70
varilla	vidrio	pza	1	15	15
Embudo Buchner	porcelana	pza	1	80	80
Erlenmeyer Kitasato	500 ml	pza	2	60	120
Probeta	50 ml	pza	1	35	35
Vaselina	Sólida	g	20	0,2	4
Bolsitas de polietileno	70x8 mm	pza	50	0,16	8
Bandejas	18x25cm	pza	2	5	10
	Subtotal(b)				632

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-18 Detalle de costos de análisis

Descripción	Parámetros	Cantidad	Costo Total (Bs)
Extracto tánico	Acidez	4	36
	Sólidos Totales	4	48
	Sólidos solubles	4	18
	pH	4	18
	Ceniza	4	84
	grasa	4	96
	Densidad relativa	4	48
	Humedad	4	48
Subtotal(c)			396

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-19 Detalle de costos material de apoyo

Descripción	Unidad	Cantidad	Costo Unitario(Bs)	Costo total (Bs)
Internet	meses	6	160	960
Mano de Obra	meses	5	1000	5000
Papel	cm	2	30	60
Tinta	ml	1	200	200
Anillado	-	4	8	32
Empastado	-	3	50	150
Subtotal(d)				6402

Fuente: Elaboración propia 2019

Tabla IV-20 Detalle de costos totales

Descripción		Costo total(Bs)
a)	Detalle de costos de materia prima, solventes y reactivos.	295
b)	Detalle de costos de materiales.	632
c)	Detalle de costos de análisis.	396
d)	Detalle de costos material de apoyo.	6402
e)	Imprevistos= 0,1 del total de costos en el detalle.	772,5
Total		8497,5

Fuente: Elaboración Propia 2019

El costo total de la investigación será **8497,5 Bs**

CAPÍTULO V
CONCLUSIONES Y
RECOMENDACIONES

5.1 CONCLUSIONES

Basados en los resultados obtenidos del presente proyecto de investigación se pueden formular las siguientes conclusiones:

- Con el proyecto se logró realizar la extracción de taninos dando un valor agregado a la materia prima además de incorporar tecnología y de contribuir con el desarrollo investigativo documental por lo que con la elaboración se contribuirá tanto al productor y consumidor, de esta manera se logra obtener una alternativa más para el aprovechamiento de los subproductos generados por las industrias vitivinícolas del departamento de Tarija.
- El presente proyecto de investigación, favorece a la incorporación dentro del mercado local de un nuevo complemento como aditivo para las industrias vitivinícolas, curtido de pieles, etc. Así aprovechando de alguna manera esta materia prima que en la actualidad se tiene como descarte.

Se logró caracterizar la materia prima, semilla de uva del valle central de Tarija. Los resultados se llevaron a cabo en base a las técnicas de análisis que se encuentra en el ANEXO C, y que se exponen en la siguiente tabla V-1.

Tabla V-1 Composición de la Semilla de uva

Sustancia	Unidades	Porcentaje
Humedad	%	35,00
Taninos	%	6,00
Materia seca	%	59,00

Fuente: Elaboración propia (LOU), 2019

Los resultados del diseño factorial utilizando el programa estadístico SPSS 18.0 dan a conocer que los factores temperatura, concentración y las interacciones tiempo-concentración, temperatura-concentración influyen significativamente sobre el porcentaje de taninos obtenido de la semilla de uva.

- En relación de la extracción de taninos resulta más apropiado trabajar con un solvente hidroalcohólico además de un tamaño de partícula entre 0.5-0.25 mm para proporcionar mejores rendimientos en el proceso de extracción a una temperatura tal que permita la obtención en su totalidad del producto de interés.
- Los factores que dan mejores resultados en la extracción de taninos de la semilla de uva, escala laboratorio son los siguientes: Temperatura 65 °C, Tiempo de extracción 2 horas, Concentración del solvente 70 %.
- El mejor ensayo da como resultado un rendimiento de 8,119 % Tabla IV-15, de taninos obtenido a escala laboratorio.

Se logran determinar los parámetros fisicoquímicos en el "CEANID" del extracto tánico de la semilla de uva y se realizó una comparación con extractos tánicos vegetales de Roble y Malbec adquiridos del mercado.

Tabla V-2 Comparación de resultados de Análisis de extracto tánico de semilla de uva con otros

Parámetro	Resultado estudiado de extracto tánico semillas	Resultado Extracto tánico de madera de Roble	Resultado Extracto tánico hollejo-semilla de Malbec
Acidez (Ac. tartárico) (%)	0,26	0,76	0,66
Ceniza (%)	0,97	0,33	0,08
Densidad relativa (20°C)	0,9938	1,0295	0,9646
Grasa (%)	1,08	n.d.	1,27
Humedad (%)	93,84	93,72	96,53
pH(20°C)	3,92	4,0	4,21
Sólidos Solubles (°Brix)	8,9	45,30	44,2
Sólidos Totales (mg/l)	6,16	6,28	3,47

Fuente: CEANID 2019

Comparando los resultados se puede analizar y proporcionar una noción al sector vitivinícola de manera que se tiene:

La acidez (AC. Tartárico) es el ácido específico de la uva y el vino. La acidez del vino depende mucho de su riqueza en Acido Tartárico por ser el mayor liberador de iones H^+ , supone del 25 al 30% de los ácidos totales del vino. Lo cual significa que el Extracto Tánico concentrado con 0,26 % obtenido y siendo menor que los Extractos Tánicos de Roble y Malbec, no afectaría en gran medida el equilibrio Acidez- Alcohol que tiene un vino.

La Densidad relativa en el vino tiene un rango entre 1-1,15. Los extractos tánicos analizados no pasan de 1 lo cual beneficia a los vinos que no están bien estructurados o que les falta cuerpo, además de utilizarlos en el mosto para facilitar la clarificación y no afectaría en este punto.

En el análisis de grasa se puede ver en la tabla V-2 que el Extracto Tánico de Roble no contiene grasa, pero el Extracto de Malbec de mercado sí, esto se debe a que las semillas tienen un porcentaje importante en grasa. El extracto experimental de semilla de uva es casi similar lo cual da un margen de aceptación conforme a una comparación.

La Humedad del Extracto Tánico experimental de semilla de uva está en 93,84 % y es casi similar a los otros extractos tánicos de Roble y Malbec 93,72 y 96,56 % respectivamente de lo cual se está conforme con los datos.

El pH en vinos tiene un rango entre 2,5-4,5 al ver la tabla V-2 todos estos extractos son ácidos y están dentro del rango y son aceptables al comparar los tres Extractos Tánicos analizados.

En los Sólidos Totales el extracto tánico experimental de semilla de uva se asemeja al Extracto Tánico de Roble y es mayor al Extracto Tánico de Malbec, da un margen de aceptación entre estos valores.

Los extractos tánicos en líquido ayudan a darle estabilidad y forma al combinarse con los antocianos, que tiene un mosto o el vino aproximadamente se lo agrega 1ml de extracto tánico por litro o dependiendo de una cata para ver las características organolépticas que tiene un mosto o vino y ver si hace falta o no.

5.2 RECOMENDACIONES

- Los resultados obtenidos motivan a recomendar un estudio a escala piloto más detallado del proceso de extracción, el cual permita ajustar la temperatura, presión de vacío, la relación, sólido/líquido para poder implementar a futuro en una industria.
- Analizar alternativas de extracción para una factibilidad económica técnica que puedan viabilizar el proceso productivo en la región.
- Se recomienda realizar un estudio de pre factibilidad para implementar una planta piloto, ya que como base se tiene los datos obtenidos a escala laboratorio que son satisfactorios.
- Para futuras investigaciones se recomienda el aprovechamiento del solvente, además de disminuir los costos de operación.
- Buscar nuevas aplicaciones de los residuos que se tienen después de la extracción de taninos a partir de la semilla de uva, como ser alimento balanceado para animales con alto valor nutritivo, fertilizantes para favorecer la tierra.
- Evaluar los resultados obtenidos, tanto técnico y económicamente para un estudio de implementación de un nuevo proceso de aprovechamiento de los residuos del sector industrial vitivinícola, dándole un valor agregado y tener un nuevo producto para propio beneficio como antioxidante natural y estabilizantes para mejorar, potenciar y mantener las propiedades del vino, como el de extracto tánico a partir de la semilla de uva.