

CAPÍTULO I
INTRODUCCIÓN

I. INTRODUCCIÓN

1.1 Generalidades

La oleorresina de pimentón (ORP) o extracto de “páprika” es el extracto líquido graso de frutos del género *Capsicum annuum L.*, maduros y secos, habitualmente obtenida a partir de pimentón peletizado, con viscosidad media, colores rojo violáceo oscuro, y con aroma típico de pimentón según calidades, orígenes, genotipo de procedencia y método de extracción. La ORP contiene más de 100 compuestos (Directiva 1999/75/CE; EU Commission, 1996; FDA, 2006; Navarro y Costa, 1993; RD 2107/1996). El rendimiento de la ORP depende del color del pimiento original, y éste es muy variable según especies u otros factores, existiendo discrepancias por tanto según las casas comerciales y los orígenes de la materia prima. Es imprescindible para comparar rendimientos el facilitar las unidades de color de la ORP, la calidad objetiva de la materia prima de partida y su posible grado de dilución. Dadas las elevadas exigencias de calidad y seguridad alimentaria, es preciso revisar innovaciones tecnológicas de la ORP que aporten un mayor valor añadido del producto y complemente un trabajo anterior (Fernández, 2006).

Según (Restrepo, 2006), dice que: “La ORP es un colorante natural que variando la solubilidad del mismo, se aumenta la posibilidad de diversificar las aplicaciones, usándose así en la industria cosmética, farmacéutica, alimentación animal y en aplicaciones agrícolas”.

El pimiento es una planta cuyo origen botánico se centra en América del Sur, concretamente en el área entre Perú y Bolivia, desde donde se expandió al resto de América Central y Meridional. Es una planta cultivada desde hace varios siglos y una vez descubierta por los españoles fue enviada a España en 1493, para extenderse a lo largo de otros países de Europa, Asia y África durante el siglo XVI. El pimentón constituía un elemento básico en la alimentación de los aborígenes americanos y sus usos culinarios diferían en función de la variedad, algunas de las cuales eran de uso

exclusivo de las clases altas (Maroto, 1995). Se aprecia en la *figura 1-1* los diferentes colores de pimientos que se encuentran en el mercado.



Figura 1-1 Pimiento, en diferentes colores
Fuente: (Notiboliviarrural, 2017).

En un principio, se consideró a los aditivos como sustancias inofensivas para la salud, pero con el paso del tiempo, se ha comprobado que, en muchos casos, esto no es cierto, pues existe una fracción de ellos que producen fenómenos tóxicos a largo plazo. El añadir sustancias químicas u otros suplementos a los alimentos para mejorar el mantenimiento de su calidad o afinidad es una práctica aceptada en general, aunque en muchos países se han hecho grandes esfuerzos por limitar, controlar y regular la utilización de estas sustancias, como por ejemplo Estados Unidos de Norteamérica. En el año 1958, en el citado país y ante la general utilización de muchas sustancias no aprobadas por la Agencia Norteamericana para la regulación de Alimentos y Fármacos (FDA), se crearon las "listas GRAS", reconocidas unánimemente como seguras. En estas listas, equivalentes a las "listas positivas" de la legislación Española, se incorporaban únicamente aquellas sustancias que la evidencia científica y la práctica demostraban su inocuidad para el ser humano (Rodríguez et al., 2001).

Según (Rodríguez, 2002), dice que: “Los colorantes son aditivos que adicionados a los alimentos proporcionan, refuerzan o varían su color. Del conjunto de los aditivos alimentarios, el grupo de los colorantes es, probablemente, el que mayor polémica ha originado entre los consumidores”.

En el caso de los alimentos colorantes, éstos se obtienen a partir de frutas y verduras comestibles mediante procedimientos sometidos en todo momento a un estricto control, desde el cultivo de las materias primas hasta la aplicación final. Durante la producción se emplean únicamente métodos tradicionales, como la extracción, evaporación o filtrado, así como la estandarización de extractos concentrados de diversas frutas o verduras. A lo largo del proceso se evita el uso de disolventes orgánicos (distintos al agua) o de aditivos químicos (Estorff et. al, 2005).

Según (Cervantes, 2003), dice que: “Es importante señalar que además de vitaminas y minerales, las frutas y verduras contienen también sustancias bioactivas, de las cuales hoy en día se han identificado más de 5000”.

Se plantea que estos nutrientes vegetales tienen efectos curativos y ayudan a prevenir cáncer, enfermedades cardíacas y circulatorias e infecciones bacterianas. También se les atribuye la capacidad de disminuir los niveles de grasa y azúcar en sangre (Schwartz et al., 2006).

Según (Méndez et al., 2005), dice que: “Los frutos del *Capsicum annuum L.*, especialmente de los cultivos del pimiento rojo, se han usado en forma de concentrados, pimentón seco y molido, oleorresinas y como especias en colorantes alimenticios”.

Según (Cardona et al., 2006), dice que: “La ORP contiene fundamentalmente carotenoides, capsaicinoides y algunas vitaminas. Tradicionalmente se usa en la industria alimentaria”. Podemos apreciar los carotenos que se encuentran presentes en la ORP, en la *figura 1-2*.

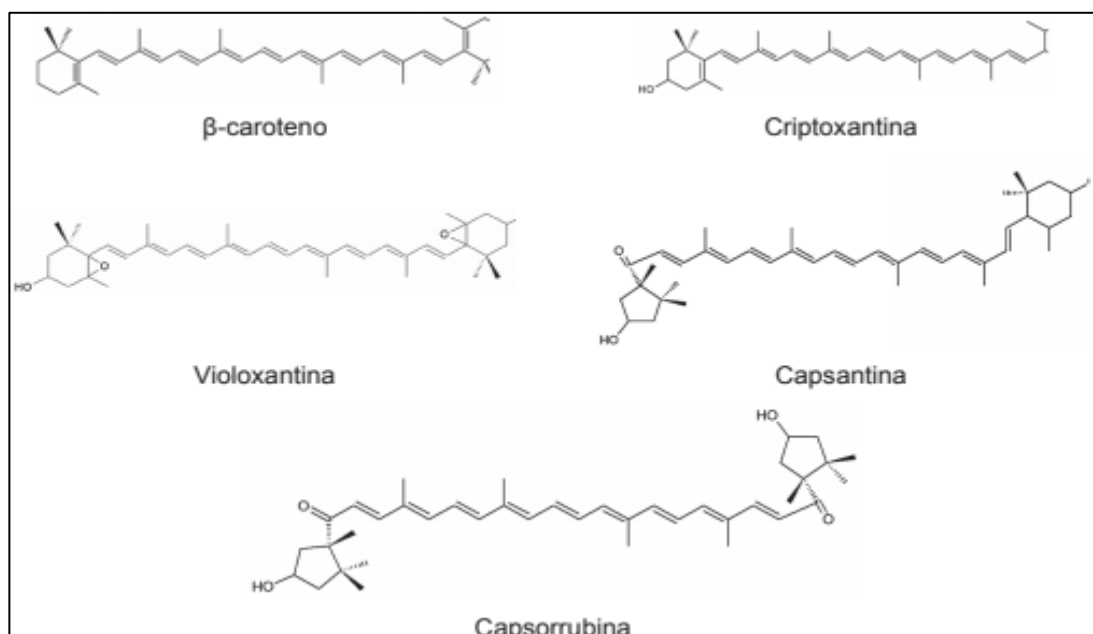


Figura 1-2 Principales carotenos presentes en la ORP
Fuente: (NAGY, V., et al, 2012).

La ORP industrialmente es obtenida, por un lado, por extracción convencional Soxhlet con solvente orgánico, como etanol; por otro lado, la extracción por fluidos supercríticos. Las principales ventajas de la extracción por Soxhlet consisten en el rendimiento y el bajo costo de producción, razones por las cuales en el sector productivo es el más empleado (Gil et al, 2012).

Según (Cardona et al., 2006), dice que: “Para la extracción con solvente, se obtiene mediante las siguientes etapas: escaldado, troceado, secado, molienda y extracción con solventes como el etanol. Los pigmentos que se extraen se analizan mediante cromatografía en fase reversa”.

1.2 Identificación de la idea del proyecto y necesidad a resolver

Por sus beneficios en las industrias: alimenticia, cosmética, farmacéutica, alimentación animal y en aplicaciones agrícolas, bajos costos de producción con potenciales consumidores locales como nacionales: se encuentra necesario la realización del proyecto de extracción de oleorresina de pimentón; por ser un colorante natural y con propiedades benéficas nutricionales, farmacológicas y que la tendencia hacia alimentos

cada vez más naturales restringen el uso de colorantes artificiales debido a que éstos pueden tener actividad importante en la aparición de tumores y de enfermedades cardiovasculares, además de ser inocuo para la salud como indican (Cardona et al., 2006), y también ser una alternativa de alargar la vida útil de la materia prima, conservando sus sabores picantes, color, olor, cumpliendo con las normas que rigen los productos aditivos (Restrepo, 2006).

En Bolivia existen dichas industrias, por lo que se requiere y/o necesita productos como la oleorresina de pimentón como aditivo o colorante, esto debido a sus características organolépticas, fisicoquímicas y su bajo riesgo en contra de la salud por ser un producto de origen natural y con rendimiento alto.

Por estas razones, se ve necesario la realización del proyecto de investigación para la obtención de la oleorresina de pimentón (ORP).

1.3 Descripción general del producto: oleorresina de pimentón

La oleorresina de pimentón (ORP) es un colorante natural. Se emplea en la industria alimentaria bajo la denominación codificada E160c. Suele aplicarse a los alimentos que poseen un estado líquido o viscoso con la intención de tintarlos de color rojizo, suele extraerse de forma natural procedente de los pimientos (*Capsicum annuum l.*). Se encuentra en grandes cantidades en las especias fundamentadas en el pimentón, empleadas en la coloración (Cardona et al., 2006).

La ORP es una sustancia líquida que presenta propiedades ligeramente viscosas, su color es originariamente de rojo intenso, colores rojo violáceo oscuro, y con aroma típico de pimentón según las calidades, orígenes de los frutos. Con presencia de colores homogénea, es empleada en la industria por presentar buenas propiedades de fluidez a temperatura ambiente. Además de proporcionar color rojo, suele proporcionar sabor a pimentón. Es muy poco soluble en agua y en algunas ocasiones para lograr que se disuelva se añaden tensoactivos, o también mediante microencapsulación mediante mezclas con gelatina o goma arábiga. En algunas concentraciones la capsaicina se encuentra presente y esto se tiene en cuenta debido a la presenecia de propiedades

pungentes. Su extracción de las frutas del *capsicum anuum l.* se realiza mediante el empleo de solventes como el etanol (Pérez, 2003).

La oleoresina posee una gran variedad de compuestos químicos (casi más de 100). Suele componerse de sustancias lipofílicas como son los mono, di y triglicéridos; de ácidos grasos libres, así como de diversos pigmentos (carotenos de estructura hidrocarbonada, o xantofilas con oxígeno), aceites esenciales; resinas ácidas así como sus ésteres; terpenos, ceras, esteroides de origen vegetal y en diversa cantidad capsaicinoides (Pérez, 2003).

La ORP encuentra aplicación en alimentos como: embutidos, aperitivos, sopas, salsas, bebidas, productos de panadería o platos preparados precocinados. Existen varias patentes recientes en las cuales aparece el uso de ORP como aditivo en la formulación de alimentos funcionales o similares como:

a) Colorante para formular alimentos enriquecidos en ácidos grasos omega-3 en dosis de 0,01 a 2% (Karwe et al., 2006). También existen patentes en que la ORP se utiliza, para obtener colorantes junto con carotenoides, cúrcuma, extracto de remolacha, bixina, norbixina, azafrán, etc., así como con pectinas de diferentes fuentes y alto grado de acetilación (Koehler et al., 2000).

b) Aditivo en caramelos masticables con un suplemento de calcio en forma de sal de fosfato (McVeigh, 2005).

c) Componente de bebidas que pueden cambiar de color (Thurman et al., 2004) o en mezclas de microemulsiones aromatizadas de aceite en vinagre concentradas (Logan et al., 1999).

d) Componente de una mezcla (ORP con 100 000 unidades de color al 0,35%) utilizada para prevenir o reducir la formación de acrilamida o sus precursores durante la cocción, procesado, calentamiento o almacenamiento de los alimentos (Kurppa, 2004). Las ORP picante se han utilizado para formular aerosoles para detenciones y de defensa personal, repelentes y gases lacrimógenos que están sustituyendo al uso de porras u otros instrumentos (Morabito et al, 1997).

En la *figura 1-3*, se observa la estructura química de la ORP: capsaicina, capsantina y capsorubina.

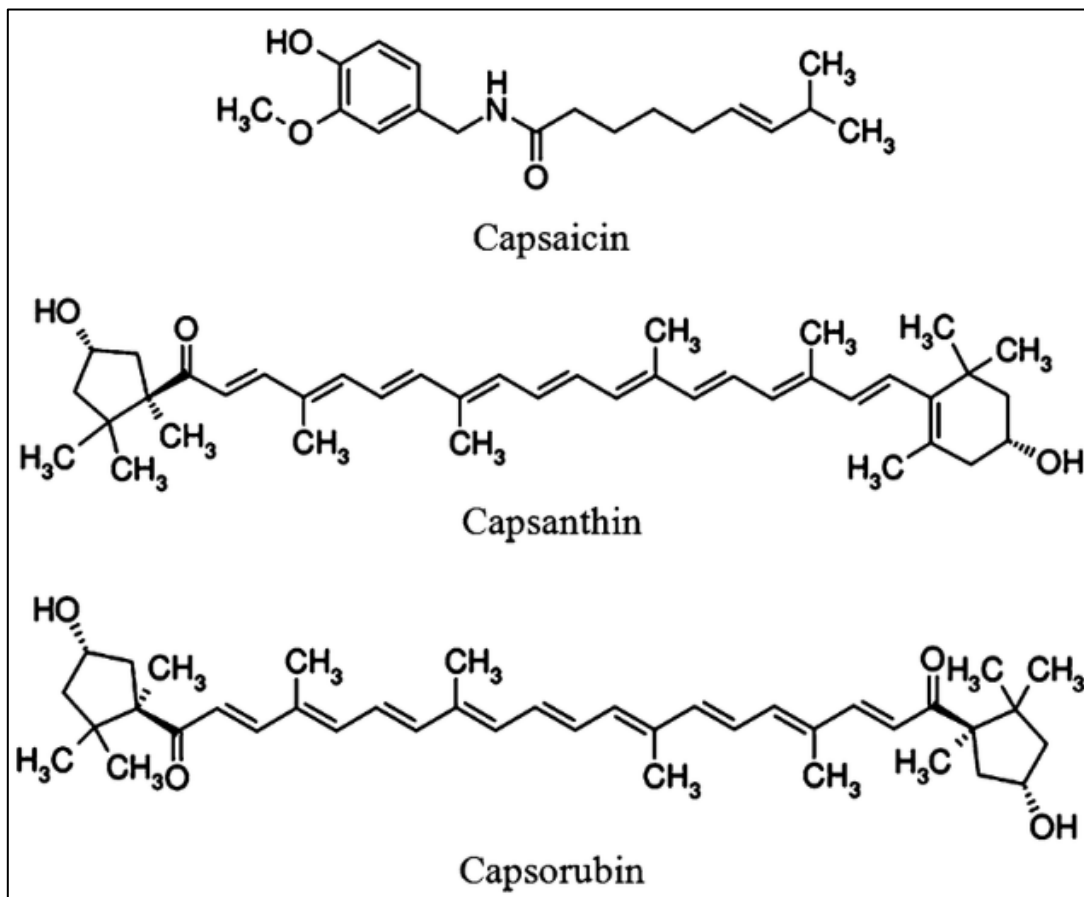


Figura 1-3 Fórmula estructural de la ORP
Fuente: (Researchgate, 2014).

1.4 Mercado: Aspectos generales

Debido al aumento sostenido de la demanda de productos más saludables y naturales, el mercado mundial de hierbas aromáticas y especias se encuentra en franca expansión. El principal país exportador es China, y figuran como importadores de mayor envergadura los Estados Unidos, Alemania y Japón (Maggi, 2007).

La ORP tiene usos en industrias de embutidos, alimento para animales, farmacéuticas, cosméticas y agrícolas; razón por la cual existe mercado para la ORP, sirviendo también para el uso cotidiano de las personas en sus alimentos. En la tabla I-1 podemos ver su producción nacional.

Tabla I-1
Producción de pimientón en Bolivia

Año	Área de cosecha (ha)	Producción (t)	Rendimiento (kg/ha)
2010	2 716	5 330	19 636
2011	5 178	14 121	27 273
2012	5 208	14 930	28 667
2013	5 295	12 328	23 282
2014	5 473	12 988	23 731
2015	5 723	13 413	23 440
2016	4 098	11 333	27 655

Fuente: (FAO, 2017).

En esta tabla I-1 podemos ver cómo va creciendo la producción año a año del pimientón, en nuestro país. Por lo tanto, las alternativas de darle valor añadido y alargar la vida útil del mismo, es una opción para los productores y/o los residentes.

1.5 Procesos Tecnológicos empleados

La peletización del pimientón con granuladoras a partir del molturado de cáscara seca para obtener pelet, constituye la materia prima para extraer ORP. Igualmente pueden utilizarse fluidos supercríticos con o sin combinación de coadyuvantes, o con fraccionamiento, para obtener ORP u otros extractos de pimientón o de pimientón (Fernández, 2006).

Según (Herrera, 1988), dice que: "Las tecnologías clásicas de extracción de ORP utilizan disolventes orgánicos y con esta pueden formularse ORP hidrosoluble".

El proceso más adecuado para la extracción de oleoresina de pimientón, es la de extracción con solventes orgánicos, debido a que no se necesita un laboratorio moderno para poder realizar la extracción; los costos que presenta la extracción convencional frente a la de fluidos supercríticos son mucho menores, y cabe resaltar que se encuentra mayor rendimiento en este tipo de extracción.

1.6 Materia prima: pimiento (*capsicum annum l.*)

La ORP procede del fruto del pimiento, que se ubica dentro de la subclase Asteridae, Orden Solanales, Familia *Solanaceae* y género *Capsicum*. El género *Capsicum* se cultiva actualmente en muchos países de ambos hemisferios. La terminología del género *Capsicum* es confusa, usándose indistintamente pimiento, chili, chile, chilli, ají, “páprika” y *Capsicum* (Bosland, 1996).

Según (Bosland, 1992), dice que: “el pimiento nativo o ají es originario del continente americano (Bolivia, Perú, sur de México y Colombia) y cuenta con cerca de 25 especies silvestres y cinco domesticadas (*C. chinense* Jacq., *C. annum* L., *C. pubescens*, *C. frutescens* L. y *C. baccatum* L.).

Los frutos de estas especies son bayas de diferentes formas y tipos de superficies. En estado inmaduro su color es verde, morado, amarillo (en varios tonos), blanco o naranja. En estado maduro y según la variedad su color es rojo (en varios tonos), púrpura oscuro, amarillo, naranja, café, negro, castaño o pardo oscuro; ello podría servir para obtener diferentes tipos de color en la ORP, para tener distintas variedades de color, en el área de colorantes (Bosland, 1992).

En la tabla I-2, se puede ver la composición del pimiento por cada 100 gramos de producto comestible

Tabla I-2
Composición química de pimientos dulces y picantes con base de 100 g.

Componentes	Pimiento dulce	Pimiento picante
Materia seca (%)	8	34,6
Energía (Kcal)	26	116
Proteína (g)	1,3	6,3
Fibra (g)	1,4	15
Calcio (mg)	12	86
Hierro (mg)	0,9	3,6
Carotenos (mg)	1,8	6,6
Tiamina (mg)	0,07	0,37
Riboflavina (mg)	0,08	0,51
Niactina (mg)	0,8	2,5
Vitamina C (mg)	103	96
Valor nutritivo (ANV)	6,61	27,92

Fuente: (Nuez., 1996).

En esta tabla I-2 se observa la composición del pimiento de dos de las variedades más conocidas y consumidas en el mundo: el pimiento dulce y el picante.

También podemos observar en el *anexo I*, las propiedades fisicoquímicas del pimiento utilizado para la extracción de la ORP, en el presente trabajo.

1.6.1 Taxonomía y morfología del pimiento

Familia: Solanaceae.

Especie: Capsicum annum L.

Según (infoAgro, 1997), dice que: “**Planta:** herbácea perenne, con ciclo de cultivo anual de porte variable entre los 0,5 metros (en determinadas variedades de cultivo al aire libre) y más de 2 metros (gran parte de los híbridos cultivados en invernadero)”.

Sistema radicular: pivotante y profundo (dependiendo de la profundidad y textura del suelo), con numerosas raíces adventicias que horizontalmente pueden alcanzar una longitud comprendida entre 50 centímetros y 1 metro (infoAgro, 1997).

Tallo principal: de crecimiento limitado y erecto. A partir de cierta altura (“cruz”) emite 2 o 3 ramificaciones (dependiendo de la variedad) y continua ramificándose de forma dicotómica hasta el final de su ciclo (los tallos secundarios se bifurcan después de brotar varias hojas, y así sucesivamente) (infoAgro, 1997).

Hoja: entera, lampiña y lanceolada, con un ápice muy pronunciado (acuminado) y un pecíolo largo y poco aparente. El haz es glabro (liso y suave al tacto) y de color verde más o menos intenso (dependiendo de la variedad) y brillante. El nervio principal parte de la base de la hoja, como una prolongación del pecíolo, del mismo modo que las nerviaciones secundarias que son pronunciadas y llegan casi al borde de la hoja. La inserción de las hojas en el tallo tiene lugar de forma alterna y su tamaño es variable en función de la variedad, existiendo cierta correlación entre el tamaño de la hoja adulta y el peso medio del fruto (infoAgro, 1997).

Fruto: baya hueca, semicartilaginosa y deprimida, de color variable (verde, rojo, amarillo, naranja, violeta o blanco); algunas variedades van pasando del verde al anaranjado y al rojo a medida que van madurando. Su tamaño es variable, pudiendo pesar desde escasos gramos hasta más de 500 gramos. Las semillas se encuentran insertas en una placenta cónica de disposición central. Son redondeadas, ligeramente reniformes, de color amarillo pálido y longitud variable entre 3 y 5 milímetros (infoAgro, 1997).

1.6.2 El pimiento en Tarija

Tarija es potencial productor de pimiento, se cuenta con datos importantes sobre la mayor producción de la zona, en la tabla I-3, se observa por cada año de cosecha en la provincia Avilés, la cantidad de pimiento producido por hectárea.

Tabla II-3
Producción de pimiento en la provincia Avilés, Tarija.

AÑO	SUPERFICIE (ha)	CAJAS DE PIMIENTO	KILOGRAMOS
2008	50	87500	1750000
2009	50	87500	1750000
2010	47	82250	1645000
2011	46	80500	1610000
2012	47	82250	1645000
2013	46	80500	1610000
2014	44	77000	1540000
2015	45	78750	1575000

Fuente: (Cámara Agropecuaria de Tarija, 2017).

Con estos datos, se destaca la producción en el municipio de Colón Sud, en Uriondo.

También se tuvo a consideración las dos variedades existentes del pimiento (*capsicum anuum l.*) para ser transformado en ORP, el de tres y el de cuatro protuberancias, donde se verificó según (A. Rodríguez, 2019), que: “Yo mismo he analizado variedades de pimientos de tres y de cuatro protuberancias (en el argot de los pimientos se llaman “cascos”) y no hay diferencia en términos de sabor ni nada a nivel de analíticas¹; no hay el más mínimo signo de evidencia que muestre resultados consistentes de unos (los pimientos de tres cascós) frente a otros (los de cuatro cascós)”.

El investigador y especialista en mejora genética de pimientos, chiles y ajíes del instituto COMAV (Conservación y Mejora de la Agrobiodiversidad Valenciana) Adrián Rodríguez, explica que no hay resultados diferentes tomando en cuenta el número de protuberancias del pimiento; por lo que es indiferente para la selección de la materia prima.

¹ Niveles de analítica:

Descriptivo: hechos, datos y otros elementos que pueden brindar una imagen detallada;

Diagnóstico: elementos descriptivos que permiten evaluar críticamente el resultado;

Predictivo: ¿cuál será el resultado?;

Prescriptivo: ¿cómo un resultado específico puede ser mejorado mediante el empleo de elementos específicos?

En general, factores como las condiciones de cultivo, la variedad o la época del año son los factores influyentes; el dulzor o el amargor de los pimientos dependen del equilibrio entre el contenido en azúcares sencillos (glucosa, fructosa y sacarosa) y el contenido de compuestos volátiles con aromas herbáceos o frutales.

1.6.3 Partes del pimiento

Las partes del pimiento las podemos ver en la *figura 1-4*

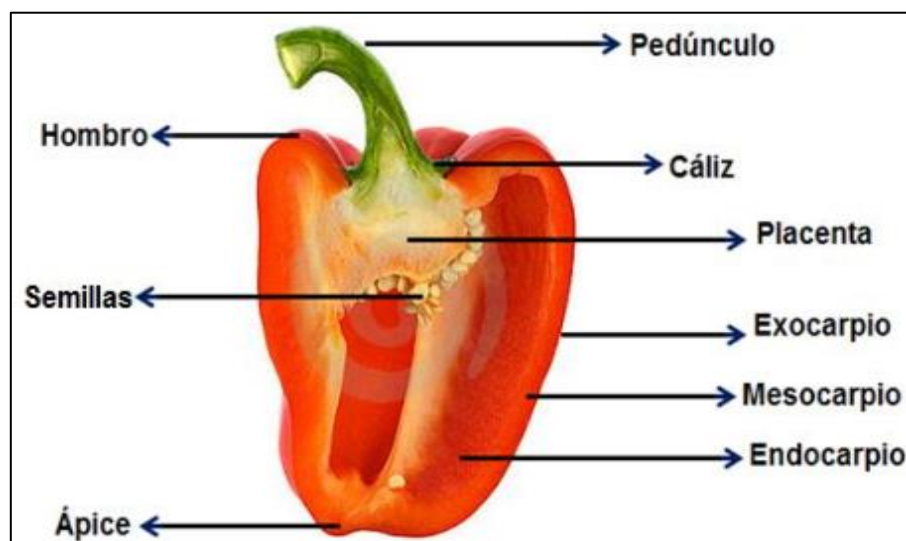


Figura 1-4 Estructura interna del fruto de pimiento
Fuente: (Plaza Martín, 2017).

1.7 Objetivos

1.7.1 Objetivo general

Extraer oleorresina de pimentón (*Capsicum annuum L.*), mediante proceso de extracción Soxhlet a nivel experimental, con el fin de obtener un producto de calidad para el Valle Central de Tarija.

1.7.2 Objetivos específicos

- Caracterizar la materia prima para la extracción de oleorresina de pimentón producido en el Valle Central de Tarija.

- Definir y caracterizar el producto a obtener, oleorresina de pimentón producido en el Valle Central de Tarija, tomando en cuenta análisis que estén al alcance que puedan validar el producto.
- Seleccionar el método y el Proceso Tecnológico experimental de extracción de oleorresina de pimentón.
- Ejecutar la Fase Experimental del Proceso de extracción de oleorresina de pimentón.
- Determinar el rendimiento del proceso tecnológico utilizado para la extracción experimental de oleorresina de pimentón.

1.8 Justificación

1.8.1 Justificación económica

Existen industrias en Bolivia, como: Bandy en Tarija, Dillman en Cochabamba, Stege en La Paz, etc, cuya principal actividad es la de embutidos, donde utiliza la oleorresina de pimentón, como aditivo colorante y por sus propiedades pungentes, lo cual hace factible la venta (con un precio apróx. de 150 Bs/50 g de oleorresina) de este producto a estas grandes empresas; además también, variando la solubilidad, puede ser usada en la industria farmacéutica, cosmetológica y en la perfumería.

1.8.2 Justificación tecnológica

El método elegido para la extracción de oleorresina de pimentón, es la de la extracción con solventes orgánicos, debido a que la tecnología está disponible usando equipos del Laboratorio de Química, el costo monetario de inversión no es alto, la calidad del producto es buena por el rendimiento que presenta la extracción con solvente etanol; y como la extracción del solvente mediante rotavapor no tiene un rendimiento de 100%, presenta residuos pero al ser pequeña esta cantidad, y no siendo una sustancia nociva para el organismo (etanol), se considera como inocuo el producto terminado (ver anexo H).

1.8.3 Justificación social

Existe una gran producción de pimentón en la ciudad de Tarija, por lo que se encuentra factible aplicar un proceso para otorgarle un valor agregado (de 50-55 Bs/kg de pimiento), y así también poder alargar la vida útil de esta materia prima.

Grandes reservas de pimentón, dándoles el presente proceso, pueden ser guardados en pequeños envases, disminuyendo el espacio que ocuparían, sin perder sus propiedades; 1 kg de ORP equivale a 48-50 kg de pimentón (pimiento seco) según la materia prima.

1.8.4 Justificación ambiental

Al utilizar equipos del laboratorio, y reactivos que con la debida protección y cuidado no son nocivos para la salud ni el medio ambiente, no se cuenta con un impacto ambiental negativo, por lo que es prudente realizarlo en instalaciones de laboratorio; el etanol utilizado en el proceso puede ser reutilizable después de destilarlo, así también el pimentón puede ser usado como parte de abono orgánico, creación de compostaje, etc., por ser un residuo orgánico (fácil descomposición).

Se puede obtener oleorresina de pimentón a partir de semillas y desperdicios de pimientos, apuntando a la disminución de residuos por putrefacción y poder así proveer de un valor añadido al mismo, sabiendo que el solvente a utilizar sería nuevamente el etanol por costos bajos y por no ser agresivo con el medio ambiente, además captando todo exceso del mercado para transformarlo en ORP; por lo tanto, un estudio de pre factibilidad se hace necesario para la producción a escala industrial de obtención de ORP,

CAPÍTULO II
MARCO TEÓRICO

II. MARCO TEÓRICO

2.1 Oleorresina de pimentón

Este colorante natural es básicamente la oleorresina o extracto del pimentón (*Capsicum annuum l.*), de un color rojo profundo. Se emplea en la industria alimentaria bajo la codificación E160c. La oleorresina del pimentón es una sustancia líquida viscosa generalmente soluble en aceite de gran uso en la industria de la carne y los snack, salsas y mezclas de condimentos, aportando colores rojos, rojos violáceos, o rojos anaranjados y aportando el aroma típico del pimentón (Flavorix, 2012).



Figura 2-1 Oleorresina de pimentón
Fuente: (ESSENCE, 2011).

2.1.1 Composición de la oleorresina de pimentón

Presenta principalmente componentes lipofílicos como mono, di y triglicéridos; ácidos grasos libres; pigmentos (carotenos con estructura hidrocarbonada o xantofilas con oxígeno); aceites esenciales; resinas ácidas y sus ésteres; terpenos y productos de oxidación o polimerización de estos terpenos; ceras, esteroides vegetales y en mayor o menor medida capsaicinoides. Sus otras vitaminas liposolubles son los tocoferoles con

actividad vitamina E, principalmente el α -tocoferol, y en menor medida otros isómeros como β ó δ) (Daood *et al.*, 2002).

Según (Suhaj, 2006), dice que: “Una parte importante de estos compuestos liposolubles de la ORP procedentes de la parte carnosa de los frutos y las semillas del pimiento, que tienen actividad antioxidante”.

A pesar de que su actividad antioxidante se ha cuantificado *in vitro*, ha de comprobarse su efectividad como protectores de la salud *in vivo* o sobre los microorganismos de los alimentos. Como antioxidantes lipofílicos en *C. frutescens* destacan los pigmentos carotenoides mayoritarios (zeaxanteno, capsanteno, capsorrubeno), y otros minoritarios con actividad provitamina A (α -caroteno, β -criptoxanteno).

Otros compuestos antioxidantes son capsaicina, capsiato, dihidrocapsiato; β -tocoferoles; los ácidos: palmítico, cafeico, mirístico y pentadecanoico; el campesterol y el estigmasterol, la resina del ácido láurico, el mirceno, quercetina, terpinen-4-ol, la escopoletina, etc. En *C. annuum* también existe eugenol, α -terpineno y campfeno (Rosa *et al.*, 2002; Suhaj, 2006). Si la ORP se extrajese de pimiento o ají amarillo (ejemplo en Perú de *C. baccatum*), en ese caso tendríamos también luteína, y la proporción de carotenoides podría ser diferente. Si se extraen de pimentones o pimiento seco que conservase pigmentos clorofílicos (negrales), se obtienen clorofilas, ya que son solubles en los disolventes de extracción comerciales (Hidalgo, 2007).

2.1.2 Ventajas de la oleorresina capsicum (ORP)

Las oleorresinas presentan ventajas en cuanto su utilización y manejo en escala industrial

- Más higiénicas que las especies en polvo, debido a que están libres de bacterias.
- Fácilmente estandarizadas para aplicaciones de saborización.
- Ricas en carotenoides y en general en antioxidantes de origen natural.
- Están libres de enzimas.
- Esterilidad. No presentan contaminación microbiana.
- Alta vida de anaquel bajo condiciones adecuadas de almacenamiento (presión ambiental y temperaturas bajas o de refrigeración que oscilan entre 4 a 15°C),

el estar prácticamente libres de agua, asegura esta condición debido a la baja degradación por oxidación o pérdida de sabor, y se elimina el deterioro debido a plagas y microbios con el frasco herméticamente cerrado.

- Requieren menos espacio de almacenamiento que las especies en presentaciones comunes y son de fácil manejo en operaciones de distribución.
- No existe riesgo asociado con incremento de humedad o ataques de hongos y otros microorganismos, como en especies secas o en polvo (Krishna, 2003).

2.1.3 Los capsaicinoides: principio activo de la oleorresina de capsicum

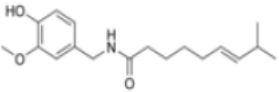
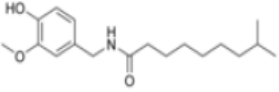
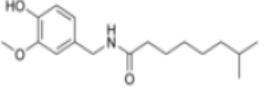
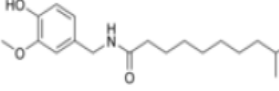
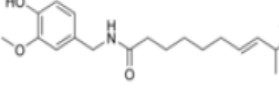
Los capsaicinoides son una mezcla de amidas primarias monosustituidas, presentes de forma natural en la mayoría de las variedades de chiles, y responsables de la pungencia que los caracteriza. Son producidos de forma natural por glándulas ubicadas en la placenta del chile.

Actualmente, se atribuye la pungencia de los chiles a por lo menos 5 capsaicinoides (Prieto, 2008).

En la tabla II-1, se puede observar el tipo de abreviatura, porcentaje en chile, pungencia y estructura química de los compuestos capsaicinoides

Cuadro III-1

Tipos de capsaicinoides, abreviatura, porcentaje típico en Chile, pungencia y estructura química.

NOMBRE	ABREVIATURA	PORCENTAJE TÍPICO EN EL CHILE	PUNGENCIA (SHU)	ESTRUCTURA QUÍMICA
Capsaicina	C	69%	15,000,000	
Dihidrocapsaicina	DHC	22%	15,000,000	
Nordihidrocapsaicina	NDHC	7%	9,100,000	
Homodihidrocapsaicina	HDHC	1%	8,600,000	
Homocapsaicina	HC	1%	8,600,000	

Fuente: (Nobuyiki et al, 2005).

La capsaicina (8-metil-N-vanillil-6-nonenamida) es un compuesto lipofílico, cristalino, incoloro e inodoro cuya fórmula molecular es $C_{18}H_{27}NO_3$. Su peso molecular es 305.4118 g/mol, y es soluble en aceites y alcohol. Su punto de fusión es de 65°C, punto de ebullición a 0.01 mmHg de 210-220°C, se sublima a 115°C y una $UV_{máx}$ a 22.281 nm. Las glándulas de la placenta que se encuentra en el fruto es el productor de estos compuestos (Reyes-Escogido et al., 2011).

Recientemente se ha encontrado que la capsaicina tiene análogos provenientes de los pimiento rojos no pungentes; los capsinoides. Estos tienen un notable parecido estructural con los capsaicinoides excepto por su vinculación centro: una amida en la

mitad para los capsaicinoides y un éster en los capsinoides (Reyes-Escogido et al., 2011).

Según (Topuz, 2007), dice que: “En estudios recientes, se ha informado que cada análogo de los capsaicinoides es responsable de diferente sensación de ardor en la boca. La capsaicina y dihidrocapsicina son los capsaicinoides más picantes, con un valor equivalente de 16.1×10^6 unidades scoville de calor (SHU)”.

2.1.4 Tratamiento térmico de la capsaicina

Según (Zarc, 2006), dice que: “La oleoresina, siendo un producto natural es térmicamente sensible y el proceso debe diseñarse para reducir al mínimo a degradación térmica y conservar la acritud total”.

(Schweiggert et al., 2006) afirman que el procesamiento térmico al que son sometidos los capsaicinoides durante el secado y/o la extracción, a temperaturas de hasta $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, ocasiona una degradación térmica con un porcentaje elevado del contenido inicial de capsaicinoides. Barbero et al (2006), mencionan que la degradación térmica de los capsaicinoides, requiere la presencia de aire. Desde el punto de vista de factibilidad técnica y económica, resultaría muy difícil tratar de aislar la atmosfera oxidante del aire durante cualquier proceso de extracción, bajo cualquier técnica. Los principales productos de la descomposición térmica a $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ y presión atmosférica son la 8-metil-6-nonenamida, vainillina y ácido 8-metil-6-nonenico (Henderson, 1992).

Quienes estudiaron la degradación térmica de los capsaicinoides presentes en chile jalapeño fresco durante el secado no-convectivo a varias temperaturas, asegura que no existe una pérdida significativa de capsaicinoides por descomposición térmica, al menos operando a temperaturas entre 27 y $85\text{ }^{\circ}\text{C}$. Esto indicaría que la degradación térmica ocurre arriba de los $85\text{ }^{\circ}\text{C}$, pero por debajo de los $100\text{ }^{\circ}\text{C}$, de acuerdo a las experiencias reportadas por estos investigadores. Debe tenerse en cuenta que aún bajo condiciones térmicamente estables, como temperatura y presión ambiente, la degradación puede continuar hasta un 12 % adicional, de modo que se sugiere

almacenar los extractos en frascos herméticamente cerrados, en refrigeración (Schweiggert et al, 2006).

De este modo, puede afirmarse que cualquier proceso de secado y extracción al que sea sometida la materia (chile jalapeño fresco (pimiento)), deberá operar preferentemente por debajo de los 100 °C, para garantizar la mínima descomposición térmica de los capsaicinoides y no mermar el rendimiento global del proceso de extracción. De igual forma, los tiempos de procesamiento térmico del chile deberán realizarse en periodos tan cortos como sea posible, pero al mismo tiempo lo suficiente como para asegurar una buena eficiencia de extracción. Finalmente, todos los productos y subproductos valiosos que sean obtenidos en el proceso de extracción, y que vayan a pasar por tiempo de almacenamiento antes de ser enviados al cliente, ser refrigerados (Guzmán, 2007).

El pimiento es uno de los productos hortícolas que tolera mejor un desecado por aire caliente, ya que presenta cierta resistencia a las alteraciones de calor, dentro de unos límites de temperatura. Se precisa un fruto que haya alcanzado el máximo grado de madurez. El contenido de agua al salir del secadero debe ser de un 13%-20%; ya que, para disminuirla más, son precisos unos gastos de energía y de tiempo inútiles (Vega, 2005).

2.1.5 Influencia de la temperatura en los carotenoides

Existen estudios sobre la degradación en la fruta Coroba, donde se plantea que los carotenoides totales en el mesocarpio de la misma, sufren una variación en su contenido en función a la temperatura de secado (Belén-Camacho, et al, 2004).

En la tabla II-1, vemos la influencia que tiene la temperatura sobre el contenido de carotenoides totales.

Tabla IV-1
Contenido total de carotenoides vs temperatura de secado para la Coroba

Temperatura	Contenido de Carotenoides Totales (mg/kg)
30	468
40	445
50	412
60	360
70	306
80	262

Fuente: (Belén-Camacho, et al, 2004).

De acuerdo a la tabla II-2, se observa la disminución del contenido de carotenoides totales en función al aumento de la temperatura de secado, por lo que no es viable o factible realizar el secado a una mayor temperatura (60° C), tomando en cuenta que según (Méndez-Trujillo et al., 2005) la temperatura óptima es apenas mayor a la temperatura del pretratamiento (58° C).

Se estudiaron los cambios en el contenido de carotenoides de zanahorias pretratadas y posteriormente fritas en diferentes aceites (canola, palma y soya parcialmente hidrogenada) y a diferentes temperaturas (165, 175 y 185 °C), comprobando que los niveles de carotenoides diferían significativamente en función de la temperatura pero no en función del aceite empleado para una misma temperatura (Prieto, 2008).

2.1.6 Influencia de la luz en los carotenoides

Otro de los factores que influyen en la degradación de los pigmentos carotenoides es el efecto de la luz, induciendo su ruptura con la consiguiente formación de compuestos incoloros de bajo peso molecular.

Estas reacciones tienen mucha importancia en la industria alimentaria ya que los carotenos pierden además de su función biológica de provitamina A, su color característico.

Existen investigaciones en las que se estudia la relación existente entre la pérdida de pigmentos, la exposición a la luz y la presencia de ácidos grasos, encontrándose que la

instauración de los ácidos grasos protege en estas condiciones a los pigmentos (Melendez-Martinez, 2004).

Existen estudios que demuestran que la degradación del β -caroteno debido a la iluminación con luz fluorescente sigue un modelo de primer orden, favoreciendo dicha iluminación la formación de 13,15-di-cis- β -caroteno. Con relación al α -caroteno, la reacción también sigue una cinética de primer orden, siendo la foto isomerización mayor que en el caso del β -caroteno (Melendez-Martinez, 2004).

2.1.7 Influencia del pH en los carotenoides

En cuanto a la influencia del pH, aunque los carotenoides extraídos no son relativamente resistente a valores de pH extremos, los ácidos y álcalis pueden provocar isomerizaciones cis/trans de ciertos dobles enlaces, reagrupamientos y desesterificaciones, lo cual debe ser tomado en cuenta a la hora de manipularlos en laboratorio con fines analíticos. Así, por ejemplo, algunas xantofilas como la fucoxantina y astaxantina, son excepcionalmente lábiles al medio alcalino, de ahí que a la hora de analizar fuentes naturales de estos carotenoides se recomienda no saponificar el extracto de pigmentos (Rodríguez-Amaya, 1999).

Por otro lado, el efecto del almacenamiento sobre los carotenoides va a depender indudablemente, de las condiciones en las que se lleve a cabo. En un estudio se han evaluado los cambios que tienen lugar en α -caroteno, β -caroteno y luteína cuando se mantienen en la oscuridad a diferentes temperaturas (4°C, 25°C y 45°C) y cuando se almacenan a 25°C expuestos a la luz. Para ello utilizaron carotenoides en polvo liofilizados, obtenidos a partir de zanahorias.

Los resultados revelaron que los niveles de las formas todo-trans de estos tres carotenoides disminuían al aumentar la temperatura de almacenamiento o el tiempo de iluminación. Los isómeros mayoritarios formados durante el almacenamiento al abrigo de la luz fueron 13-cis- α -caroteno, 13-cis- β -caroteno y 13-cis-luteína. La iluminación, en cambio, favorece la formación de 9-cis- α -caroteno, 9-cis- β -caroteno y 9-cis-luteína (Melendez-Martinez, 2004).

Resumen de las influencias

Se puede plantear que la inestabilidad de los carotenoides se debe al hecho de que son compuestos altamente insaturados, degradándose fundamentalmente debido a procesos oxidativos y otros factores como la temperatura, la luz o el pH también pueden producir importantes cambios cualitativos en estos compuestos debido a reacciones de isomerización (Prieto, 2008).

2.1.8 Rendimiento y precio de la oleorresina

El rendimiento en la obtención de oleorresina puede alcanzar los 34 gramos por cada 100 g de pimentón. El precio es altamente variable, dependiendo del país de origen, las condiciones generales del mercado mundial y los niveles de calidad (ASTA). Por ejemplo, un kilo de oleorresina de pimentón se vende entre USD 33 y puede llegar hasta USD 60, a causa de la escasez de producción mundial por las malas cosechas en los países productores (Gil, 2000).

2.1.9 Vida útil de la oleorresina

La oleorresina de pimentón se conserva en un ambiente fresco, seco, y con ausencia de luz, reduciendo de ese modo la oxidación de los carotenoides. Sin aditivos, la oleorresina de 10 mg/kg tiene una vida comercial de 12 meses (EVESA, 2006).

2.1.10 Olor y sabor

El olor del paprika es principalmente debido a su aceite esencial (<1%; con hidrocarburos alifaticos de cadena larga, acidos grasos y sus esteres de metilo). A pesar de que la concentracion de estas sustancias es muy baja inducen a un fuerte olor. Los diterpenoides (terpenos superiores) constituyen la mayor parte de la fraccion no volatil de las oleorresinas (acidos resinosos). La destilacion de la oleorresina suele producir una esencia de terpenoides menores y un residuo de terpenoides superiores (Braverman, 1980).

Segun (Santivanez, 2008), dice que: “La percepcion del sabor se debe a diferentes sustancias aromaticas presentes en muy pequenas cantidades, los azucares (glucosa y fructuosa), acidos y las interacciones producidas entre todos ellos”.

Según (Núñez, 1996), dice que: “se definieron y cuantificaron los componentes del sabor en variedades de frutos gruesos dulces y picantes encontrando que la sustancia 2-isobutil-3-metoxipirazina era el componente mayor de sabor en estos tipos de pimiento” (p. 14).

El componente del sabor se localiza en la parte externa del fruto y puede variar según la parte del mismo, la parte próxima al pedúnculo (hombros) es la de peor sabor, menos crujiente y menos jugosa que el resto. La parte media es la más sabrosa y la parte basal tiene un sabor menos sazonado. Las condiciones de cultivo ejercen influencia en el sabor. Los frutos cosechados a temperaturas diurnas tienen peor sabor y menor cantidad de azúcares reductores y sólidos solubles (Escarbajal, 2006).

2.2 Procesos de extracción sólido – líquido

2.2.1 Técnica de extracción soxhlet

La extracción es una de las operaciones básicas del laboratorio. Se define como la acción de separar con un líquido una fracción específica de una muestra, dejando el resto lo más íntegro posible. Se pueden realizar desde los tres estados de la materia, y se llaman de la siguiente manera: extracción sólido–líquido; líquido–líquido y gas–líquido. La extracción sólido–líquido es la más utilizada con el equipo soxhlet. Como ejemplo se pueden citar todas las obtenciones de principios activos de los tejidos vegetales (De La Cruz, 2011).

Lo que hace el extractor soxhlet es realizar ciclos de extracciones de manera automática, con el mismo solvente que se evapora y condensa llegando siempre de manera pura al material. La extracción soxhlet se fundamenta en las siguientes etapas:

- Colocación del solvente en un balón.
- Ebullición del solvente que se evapora hasta un condensador a reflujo.
- El condensado cae sobre un recipiente que contiene un cartucho poroso con la muestra en su interior.
- Ascenso del nivel del solvente cubriendo el cartucho hasta un punto en que se produce el reflujo que vuelve el solvente con el material extraído al balón.

- Se vuelve a producir este proceso la cantidad de veces, para que la muestra quede agotada. Lo extraído se va concentrando en el balón del solvente (De La Cruz, 2011). Se puede observar el equipo de extracción Soxhlet y sus partes, en la *figura 2-2*.

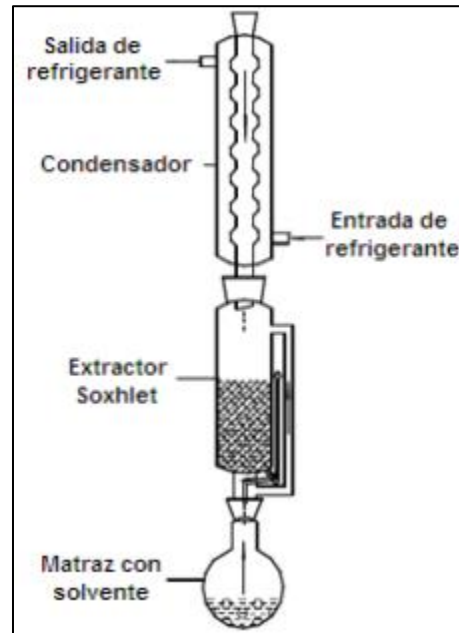


Figura 2-2 Equipo de extracción Soxhlet
Fuente: (Jensen, 2007).

En la extracción soxhlet, el material sólido que se desea extraer es colocado dentro de un sujetador vertical, conocido como cartucho de extracción o cartucho soxhlet, y el solvente líquido es colocado en un matraz bola, el cual está acoplado justo debajo del cartucho. En la parte superior se encuentra acoplado un condensador refrigerante con agua de enfriamiento.

De forma paralela al cartucho soxhlet se encuentran dos tubos conductores de vapor y líquido; el primer conducto se encarga de conducir el solvente evaporado desde el matraz hasta el extremo del tubo refrigerante, sin pasar por el cartucho; el segundo tubo con forma de “U” invertida, se conoce como sifón y se encarga de transportar el líquido condensado de regreso hacia el matraz, en donde volverá a evaporarse para cerrar el ciclo y volver a continuar (De La Cruz, 2011).

El funcionamiento del equipo soxhlet podría describirse de la siguiente forma: el solvente se evapora en el matraz bola por calentamiento, sube por el tubo y llega al condensador, en donde regresa a su forma líquida. En este punto, cae y moja el material que se encuentra empacado dentro del cartucho de extracción, lugar donde se da el contacto sólido-líquido a la temperatura de saturación del solvente, y se lleva a cabo la transferencia de masa interfacial y selectiva de componentes hacia el solvente. Conforme el cartucho comienza a inundarse con solvente, el sifón se empieza a llenar hasta rebasar a la altura de la “U” invertida. Cuando esto ocurre, el líquido regresa al matraz, en donde vuelve a ser evaporado para completar el ciclo. El proceso se interrumpe cuando se alcanza la concentración deseada de un componente en el solvente (De La Cruz, 2011).

Apreciamos las ventajas y desventajas que tiene el método Soxhlet, para cualquier tipo de extracción, como se muestra en el cuadro II-2.

Cuadro II-2

Ventajas y desventajas del método de extracción Soxhlet

VENTAJAS	DESVENTAJAS
----------	-------------

Contacto	El solvente y la muestra están en contacto íntimo y repetido.	No es aplicable a alimentos recubiertos de grasa como los lácteos.
Rendimiento	Se mejora la extracción debido al uso de un solvente limpio.	Es un proceso lento e imposible de acelerar.
Solvente	El solvente proviene de la condensación y está caliente, lo cual favorece la solubilidad del analito.	Requiere grandes volúmenes de solvente.
Etapas	En la mayoría de los procesos, no requiere filtración posterior.	Se requiere una etapa de evaporación final.
Temperatura	Es posible alcanzar altas temperaturas en tiempos cortos.	No es aplicable a analitos termolábiles.

Fuente: (Salamanca, Sánchez, 2009).

2.2.2 Procesado convencional de oleoresina de pimentón

El proceso clásico de obtención de ORP se basa en extracción sólido-líquido (o lixiviación) del pelet de pimentón seco y molido mediante disolventes orgánicos (Herrera, 1988; Navarro y Costa, 1993; Pérez-Gálvez *et al.*, 2006; Salmerón y Romojaro, 1975). Como disolventes se han utilizado acetona, diclorometano, etanol, éter de petróleo, etil acetato, tricloroetileno, o hexano (Borges *et al.* 1997a; Govindarajan, 1986a; Navarro y Costa, 1993). En la práctica predomina el hexano, pues el etanol 95% al ser polar requiere más tiempo de extracción (33-50 minutos) que el hexano (15 min) para los carotenoides (Boyadzhiev *et al.*, 1999; Pérez-Gálvez *et al.*, 2006), y extrae compuestos indeseables. Una alternativa como el propano tiene incluso mayores riesgos de incendio o explosión que el hexano. La FDA (2006) de E.E.U.U. autoriza para ORP, además del hexano, el uso solo o combinado de acetona, alcoholes (etanol, isopropílico, metanol), e incluso mono-, di- y tricloroetileno.

La extracción de la ORP requiere la separación de las semillas del pericarpio del pimiento mediante el desbinzado (Fernández, 2006).

El peletizado del pimentón previo a la extracción con disolventes evita la formación de finos, coloides difíciles de separar en el proceso que pueden provocar la colmatación de filtros. La extracción de ORP es en la oscuridad y puede ser continua en contracorriente (lo que requiere gran producción), o semicontinua, típica en producciones bajas o medias (Salmerón y Romojaro; 1975; Navarro y Costa, 1993).

En la extracción semicontinua se utilizan típicamente cuatro extractores rotativos de 1,5-2 toneladas métricas de pelet de pimentón más la carga del disolvente. Tiene como inconveniente el excesivo uso de disolvente y el tiempo excesivo de proceso (3-4 h en la primera extracción –máximo 5 h–, y unas 16-18 h de ciclo total del proceso). Los ratios materia prima/ disolvente son de 0,6 kg /L. En 12 minutos puede extraerse en las condiciones industriales el 76% del color (Pérez-Gálvez *et al.*, 2006). La extracción en continuo tiene mayores costes de instalación y utiliza extractores tipo De Smet o los de carrusel (Navarro, 1993; Pérez *et al.*, 1996).

2.2.3 Consideraciones iniciales

Antes de iniciar el proceso extractivo se debe definir la selectividad del solvente a utilizar en el proceso. Normalmente se utiliza un solvente de naturaleza general, de alta polaridad, como el alcohol etílico, el metanol o n_hexano. Inicialmente el solvente penetra en la célula vegetal y expelle el aire contenido en el citoplasma, dándose inicio de esta forma al proceso extractivo. La penetración del solvente en la célula induce un momento dipolar en las moléculas de los compuestos que van a ser extraídos. Es de esta manera como las sustancias extraíbles se adhieren a las moléculas del solvente.

2.2.4 Factores del proceso extractivo

Los factores que afectan el proceso extractivo de la oleorresina de capsicum son:

- El estado de división de la especie vegetal.
- La temperatura.
- La naturaleza del solvente.
- El tiempo de extracción.

2.2.4.1 El estado de división de la especie vegetal

En el tamaño de las partículas sólidas es evidentemente cuanto más pequeñas sean, mayor es la superficie interfacial (mayor es el área de contacto) y más corta la longitud de los poros. Por tanto mayor es la velocidad de transferencia. Sin embargo, tamaños excesivamente pequeños pueden hacer que las partículas se apelmacen dificultando la extracción (Granada, 2008).

2.2.4.2 Temperatura

El aumento de la temperatura favorece la extracción aunque esta variable debe mantenerse controlada, pues un excesivo aumento puede provocar la degradación de los pigmentos carotenoides (Aguilera, 1990).

La temperatura óptima de concentración en el rotavapor fue de 40 °C para las dos especies de capsicum, esta temperatura es ideal debido a que evita la degradación de los compuestos activos de la oleorresina y disminuye el riesgo en la manipulación del solvente en la recuperación al vacío (Csiktusnádi Kiss et al., 2000; Martínez, 2007).

2.2.4.3 La naturaleza del solvente.

Si se sigue una norma o técnica el solvente a utilizarse estará indicado. Con frecuencia, en los laboratorios de investigación, se suelen realizar extracciones no normalizadas. Por eso es conveniente saber el rango de estas sustancias que se pueden utilizar en el extractor soxhlet. La experiencia que se posee es que hay una temperatura máxima y mínima de ebullición en la que el equipo funciona adecuadamente. Como se observa en la tabla II-4 en el extremo inferior se encuentra el diclorometano (cloruro de metilo) que se utiliza para la extracción de grasas y resinas de manera selectiva. Este solvente tiene un punto de ebullición de 40° muy cercano a la temperatura ambiente particularmente en los climas cálidos. Con respecto al extremo superior hay que decir que para la cantidad de energía limitada que generan los calentadores eléctricos comunes, a medida que aumenta el punto de ebullición disminuye significativamente el caudal de solvente que se evapora y por ende la velocidad de extracción. Sin embargo hay que hacer notar que además del punto de ebullición es importante el calor latente de evaporación. Así se puede por ejemplo trabajar con esencia de trementina con cierta

facilidad, aunque se evapore a 145°C, y no obstante las extracciones con agua se hacen demasiado lentas casi al punto de que no sean factibles. En la tabla II-4 se expone una lista, no exhaustiva, de los solventes comunes utilizados en las extracciones con Soxhlet. Otra característica importante en cuanto al tipo de solventes es que los de carácter no polar suelen tener alguna dificultad en sifonar puesto que no mojan el vidrio. Ello es frecuente con los derivados clorados como el diclorometano y el cloroformo y los hidrocarburos superiores al hexano (Núñez, 2008).

En la tabla II-2, se ve los solventes que son utilizados en extracciones con Soxhlet, y sus diferentes puntos de ebullición.

Tabla II-2
Punto de ebullición de solventes para extracción

Solvente	PE (°C)
Éter	35
Diclorometano	40
Éter de petróleo	36-50
Cloroformo	62
Metanol	65
Hexano	69
Acetato de etilo	77
Etanol	78
Benceno	80
Ciclohexano	81
Ácido fórmico	101
Dioxano	102
Tolueno	111

Fuente: (Núñez, 2008).

Según (Granada, 2008), dice que: “El disolvente debe ser lo más selectivo posible y se recomienda de baja viscosidad” (p.18).

2.2.4.4 El tiempo de extracción.

Siempre y cuando el producto sea térmicamente estable y no ocurran reacciones químicas con el solvente, puede afirmarse que un mayor tiempo de contacto entre el sólido y el solvente aumentará la eficiencia. Además, la agitación da una mayor eficiencia en la extracción debido a que disminuye la película de fluido que cubre la superficie del sólido en reposo y que actúa como una resistencia a la difusión (Guzmán, 2007).

2.2.5 Rotavapor

Consiste en un motor eléctrico que produce el giro de un tubo con un ajuste esmerilado al que se acopla un matraz de fondo redondo que contiene la disolución. Dicho matraz

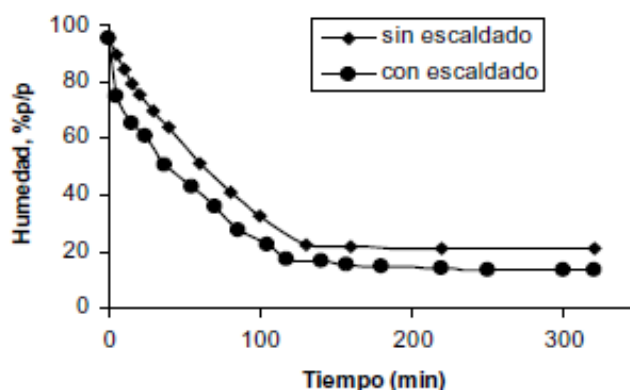
se sumerge parcialmente en un balón de agua, manteniendo el giro. La temperatura del baño no debe exceder de 40-45 °C para la manipulación de los disolventes orgánicos más comunes.

Acoplado al sistema, se encuentra un refrigerante que por el circula líquido, por lo general agua, que produce la condensación del disolvente que se recoge en un colector. El conjunto constituye un sistema cerrado conectado a una bomba de vacío, con una trampa de agua (Guzmán, 2007).

2.2.6 Influencia del escaldado

Según (Cardona et al., 2006), dice que: “El proceso de escaldado mejora el secado del pimentón: en 320 minutos el pimentón sin escaldar alcanza una humedad del 21,01% y con escaldado llega hasta 13,56%” (p. 6).

Gráfica 2.1
Influencia del escaldado



Fuente: (Cardona et al., 2006).

2.3 Importancia del solvente de extracción y su mezcla con agua

Los capsaicinoides son compuestos predominantemente no polares, al contener una larga cadena alifática y un anillo bencénico en su estructura. No obstante, la presencia de grupos polares como lo son un grupo amino, carboxilo, hidroxilo y un éster, le quitan a los capsaicinoides el carácter de “extremadamente no polar”, convirtiéndolos en moléculas con características de solubilidad interesantes. Los capsaicinoides son

prácticamente insolubles en agua, pero bastante solubles en solventes orgánicos de relativamente baja volatilidad, como los alcoholes y alcanos de alto peso molecular, ésteres, y muchos otros compuestos. Como regla general, puede decirse que un buen solvente de extracción de capsaicinoides será aquel que posea los mismos grupos funcionales que éstos, y además tenga una polaridad similar, es decir, el mismo balance entre grupos polares y no polares en su estructura.

Buenos solventes para la extracción de capsaicionides son: cloroformo, hexano, pentano, acetona, etiléter, etanol, metanol, ácido acético.

Para extracción de capsaicinoides a presión atmosférica, el solvente óptimo es: etanol puro (AOAC, 1999) (Santamaría et al, 2000) (Méndez, 2005), acetona (Amaya et al, 1997), ácido acético (Celis, 2005); aunque algunos autores sugieren el uso de las mezclas de varios solventes y/o disoluciones acuosas, únicamente dos de ellos reportan haber experimentado con mezclas etanol-agua en composiciones variables.

Uno de los motivos para experimentar con mezclas de etanol-agua, es que el costo del solvente se reduciría de manera importante, además de que se manejaría una oleorresina con un grado de inflamabilidad y toxicidad bastante inferior. Por otro lado, el procesamiento de esta mezcla traería, al menos indirectamente, temperaturas de maceración ligeramente superiores a las esperadas con etanol puro, en caso de que se eligiera maceración a presión constante como método de extracción.

El uso de una mezcla etanol-agua sobre otros solventes está ligada, entonces, a la búsqueda de mejores condiciones de seguridad e inocuidad para los consumidores y operadores del proceso extractivo.

La legislación de la Unión Europea, a través de la comisión para las Comunidades Europeas, establece que puede utilizarse etanol como solvente de extracción en la producción de oleorresina capsicum para consumo alimenticio. Tanto el ingrediente activo de la oleorresina (capsaicinoides), como el solvente de extracción elegido (etanol), se clasifican como sustancias aptas para consumo humano directo, subclasificadas como sustancias de tipo GRAS (Generally Recognized As Safe). La

mayoría de sustancias GRAS no tienen restricción en cuanto a la cantidad utilizada, en materia de seguridad.

La legislación norteamericana también aprueba el uso de etanol grado industrial como solvente de oleorresinas para uso alimenticio, al incluirlo como uno de los materiales sugeridos.

2.3.1 Etanol

Reactivo químico altamente inflamable, con un nivel de 3 en el rombo de seguridad (según norma NFPA, en sección rojo). Químicamente estable bajo condiciones ambientales de presión y temperatura, por lo que tiene un nivel 0 en el rombo de seguridad (sección amarilla). El etanol es oxidado rápidamente en el cuerpo a acetaldehído, después a acetato y finalmente a dióxido de carbono y agua, el que no se oxida se excreta por la orina y sudor, por lo que su índice en el rombo de seguridad es 0 (sección azul). Y, como no tiene ningún riesgo específico en particular (sección blanca) su nivel es nulo.

En la figura 2-3, observamos el rombo de seguridad y pictograma del etanol.

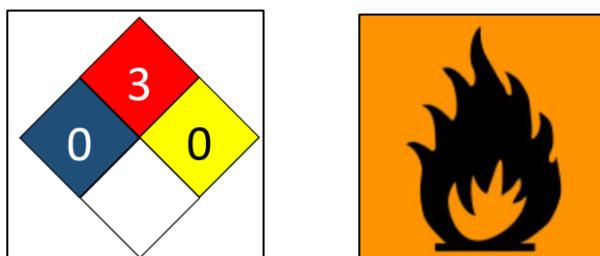


Figura 2-3 Rombo de seguridad y pictograma del etanol
Fuente: (tplaboratorioquimico, 2014).

Según norma NFPA: 0: Ninguno; 1: Ligero; 2: Moderado; 3: Severo; 4: Extremo. Éstos son los límites que comprenden el rombo de seguridad de reactivos químicos según norma NFPA 704 “Diamante de materiales explosivos”.

El pictograma que representa esta sustancia química, es el de inflamabilidad, según el reglamento CLP (Classification, Labelling and Packaging), esto con el objetivo de

identificar los reactivos químicos según sus riesgos que presenten, para una mejor manipulación de mismo.

El Número CAS (Chemical Abstracts Service) es una división de la American Chemical Society (Sociedad Americana de Química), y es la autoridad mundial para la información química. CAS es la única organización en el mundo cuyo objetivo es encontrar, recopilar y organizar toda la información sobre sustancias químicas de forma pública. Es un identificador numérico único, por lo que el número CAS del etanol es 64-17-5. (Químical, Octubre 2012).

2.4 Selección del método para analizar el producto

Existen diversas técnicas analíticas de cuantificación e identificación de pigmentos, la mayoría empleada en investigaciones muy específicas relacionadas con el estudio de estructuras químicas, formación de isómeros y aislamiento de pigmentos puros.

Dentro de los métodos que se emplean en la identificación y cuantificación de los pigmentos carotenoides en la oleoresina tenemos:

- Espectrofotometría Ultravioleta Visible
- Cromatografía Líquida de Alta Resolución (HPLC)

El primero es un método espectral cuantitativo que mide la transparencia relativa de una disolución antes y después de hacerla reaccionar con un reactivo colorante.

En el caso específico de la oleoresina de pimentón algunas carotenoides poseen estructuras relativamente complejas, en la región del visible el espectro puede presentar dos o tres máximos de absorción (Navarro y Costa, 1993).

Es importante destacar en este caso, que las variaciones de la estructura espacial que experimentan las moléculas de los carotenoides, en los fenómenos de isomería motivan modificaciones muy importantes en sus espectros de absorción.

Las moléculas de un carotenoide, con todos los dobles enlaces en posición “trans”, confieren a las disoluciones la máxima intensidad de color. Cuando se produce la isomerización se observa en los espectros de la región del visible una disminución en

la intensidad de máxima absorción y un desplazamiento de los máximos hacia menores longitudes de onda (Propiasa, 1998).

En el caso de la cromatografía líquida de alta resolución (HPLC), los componentes de una mezcla son llevados a través de una fase estacionaria (solida) por medio del flujo de una fase líquida que es móvil. Las separaciones están basadas en las diferencias en la velocidad de migración en la fase estacionaria de los componentes de la muestra.

El grado de ensanchamiento de la banda depende del tiempo que la fase móvil este en contacto con la fase estacionaria. En un estudio realizado por Cardona et al. (2006), se obtienen cromatogramas para oleorresinas de pimentón extraídas a partir de: hexano, acetato de etilo y acetona.

En la tabla II-3, se muestra los análisis en cromatografía HPLC.

Tabla II-3

Resultados del análisis cromatográfico por HPLC a una muestra de oleorresina de pimentón

Pigmentos	Tiempo de retención (s)	Λ máx en Fase móvil			
		Cis	I	II	III
Capsorrubina	3,49	-	452	482	512
Violaxantina	4,71	-	418	442	472
B-Caroteno	15,08		428	452	480
Zeaxantina	9,35	-	426	452	482
Licopeno	14,46	-	446	472	504
Capsantina	6,35	-	452	472	498

Fuente: (Mínguez et al., 1994).

2.5 Normas que rigen a los aditivos colorantes

Según el catálogo de normas bolivianas de IBNORCA, para el uso de aditivos colorantes, es: NB 840:1999, “Requisitos de identificación y pureza para aditivos alimentarios - Carótenos de algas y vegetales” (Correspondiente a la norma CX/AAC 015).

2.5.1 Etiquetado y regulación federal

De acuerdo al Instituto Boliviano de Normalización y Calidad (IBNORCA), la norma: NB 314:001, “Etiquetado de los alimentos preenvasados”, establece los requisitos y características que debe cumplir el etiquetado de las unidades de envases de productos alimentarios para consumo humano; esta norma se aplica al etiquetado de todos los alimentos preenvasados (nacionales e importados) para la venta directa al consumidor y a determinados aspectos de la información inherentes al etiquetado. No así a los alimentos que se destinan a la elaboración industrial posterior y a los servicios de restaurante, cafetería y otros establecimientos similares, asimismo, quedan excluidos:

- a) Los productos alimentarios envasados en presencia del consumidor final; y
- b) Los productos alimentarios que se envasen en establecimientos de venta al público y que se presenten así el mismo día de envasado para su venta (IBNORCA, 2009).

De acuerdo a la normativa internacional en materia de salud, la ORP y extractos pueden ser etiquetados como “Saborizantes naturales”, basado en el Código 21 de Regulaciones Federales de EUA, CFR.

ORP para uso alimenticio, según legislación internacional

A nivel internacional, la legislación más importante en materia de oleorresinas es la emitida por los EE UU de América y por la Unión Europea.

La legislación norteamericana, a través del Department of Health and Human Services, y de acuerdo al Code of federal Regulations (CFR), Título 21, Capítulo I, Sección 101.22, clasifica a la oleorresina capsicum como un saborizante natural. De hecho, en EE UU, todas las oleorresinas utilizadas en la industria alimenticia procesada, entran en la categoría de Saborizantes Naturales.

La CFR del Gobierno de los Estados Unidos de América, establece las siguientes restricciones en la elaboración de ORP, como parte del reglamento de materia de Saborizantes Naturales como aditivos alimenticios:

- La oleorresina capsicum (ORP) es la combinación de sabores y colores principales obtenidos del fruto *Capsicum Anuum L.*, por extracción utilizando cualquiera de los siguientes solventes, o combinaciones de ellos: acetona, dicloruro de etilo, hexano, alcohol isopropílico, etanol, etc.
- El contenido residual del solvente de extracción de la ORP no debe rebasar los límites establecidos en las partes de la 170 a la 189, del Capítulo I, Título 21, del Code of Federal Regulations, USA (Guzmán, 2007).

2.5.2 Requerimientos de la ORP como aditivo alimentario

A la ORP se le conoce como el aditivo E-160c (sinónimo de extracto de pimentón, capsanteno o capsorrubeno, o extracto de la especia pimentón). En el anexo 7, señalamos algunos de los requisitos que ha de cumplir. En alimentos, según el producto al que se añada, la ORP se considera como extracto de especia aplicada a pepinos, encurtidos, quesos no específicos y pescado, o como aromatizante (caldos o consomés), y no siempre como colorante (FAO/OMS, 2001). Actualmente la ORP está en fase de revisión como colorante por el *Codex Alimentarius*, al no haber sido realizada la misma de forma sistemática y científica, y existir poca información sobre sus efectos toxicológicos (Kanki et al., 2003; Medvedeva et al., 2003). La Agencia Europea de Seguridad Alimentaria (EFSA) sigue un proceso de actualización de la legislación europea en materia de aditivos alimentarios, ya que la UE está adherida a la Comisión del *Codex Alimentarius* por la decisión 2003/822/CE. También existe un proyecto de Reglamento de próxima aprobación por el Parlamento Europeo (UE, 2006). El RD 142/2002 (modificado por el RD 257/2004) y el RD 118/2007 fija en España un máximo de 10 g·kg⁻¹ al utilizar en alimentos oleorresinas de especias como aromas (códigos E-432 a E-436), pero no en ORP, que destaca como colorante alimentario. En este sentido, el RD 1118/2007 tampoco especifica un nivel máximo de uso (*Quantum satis*) para el E-160c. El producto obtenido por procesado clásico ha de cumplir los requerimientos de la American Spice Trade Association o ASTA (resumido por Govindarajan, 1986a) y la UE (Directiva 1999/75/CE; EU Commission, 1996; RD 2107/1996;), y está reconocido como producto seguro o *GRAS* por la FDA (2006).

CAPÍTULO III
METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

III. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN

3.1 Descripción y análisis de materias primas

Se utilizó y analizó pimiento producido en la comunidad de Colón Sud, Valle Central, Provincia Avilés del Departamento de Tarija, *ver anexo 1: análisis fisicoquímico del pimiento*; como se puede observar en la *figura 3-1*.



Figura 3-1 Pimiento producido en el Valle de Tarija.
Fuente: (Elaboración propia, 2018).

3.2 Selección del solvente a utilizar

Existen varios tipos de solventes para la extracción de oleoresina, estos pueden ser: acetona, diclorometano, etanol, éter de petróleo, etil acetato, tricloroetileno y hexano. Se pudo observar, según la bibliografía obtenida, el que presenta un mayor rendimiento es el n_hexano y por motivos de costo, accesibilidad y los residuos contenidos en el producto terminado, se seleccionó el etanol; por tanto se hizo una matriz de decisión para elegir cuál es el solvente óptimo para el proceso (Borgioli, 2007).

En la tabla III-1, vemos los criterios utilizados para la elección del solvente para la extracción de la oleoresina de pimentón.

Tabla III-1
Matriz de decisión para selección del solvente

Factores	%	Solvente			
		Etanol al 96% SOLQUIFAR		n_Hexano	
		Valoración	Total	Valoración	Total
Rendimiento del proceso	40	2	80	4	160
Costo de compra	20	4	80	1	20
Accesibilidad	20	4	80	1	20
Residuos	20	3	60	2	40
Sumatoria total	100		300		240
Total porcentaje			56%		44%

Fuente: (Elaboración propia, 2018).

Para puntuar nuestra tabla III-1, lo hacemos en una valoración con números del 1 al 4, como lo explica la tabla III-2.

Tabla III-2
Valoración de la escala para la matriz de decisión

Valoración de la escala	
1	Malo
2	Regular
3	Bueno
4	Excelente

Fuente: (Elaboración propia, 2018).

De acuerdo a la tabla III-1, se puntúa la selección del solvente, en base a la Tabla III-2; siendo el etanol al 96% aprox. de pureza de Laboratorio SOLQUIFAR, como el más adecuado para el proceso de extracción de oleorresina de pimentón, debido a que el costo de adquisición del reactivo es bajo, con una apreciable diferencia (precio del n_hexano: 950 Bs por 2 litros; precio del etanol de SOLQUIFAR: 18 Bs por 1 litro); la

obtención del etanol de grado alimenticio es en la distribuidora Montellanos sin ningún tipo de permiso, mientras que el n_hexano, al ser un reactivo controlado, se deben hacer cartas con justificaciones escritas para que, por medio de un intermediario (universidad) se pueda obtener el reactivo (estando bajo observación por las cantidades); se permite una mayor concentración en ppm del etanol que del n_hexano en el producto terminado, por sus daños al organismo; el n_hexano es el solvente óptimo para la extracción por el rendimiento que presenta; pese a esto, por la matriz de decisión, se elige al etanol como el solvente que más se acomoda a la investigación.

3.3 Diseño del proceso tecnológico seleccionado

La selección del proceso se basa en las etapas que debe seguir la muestra de materia prima para convertirse en el producto requerido, como lo muestra la *figura 3-2*.

Diagrama de bloques del proceso experimental

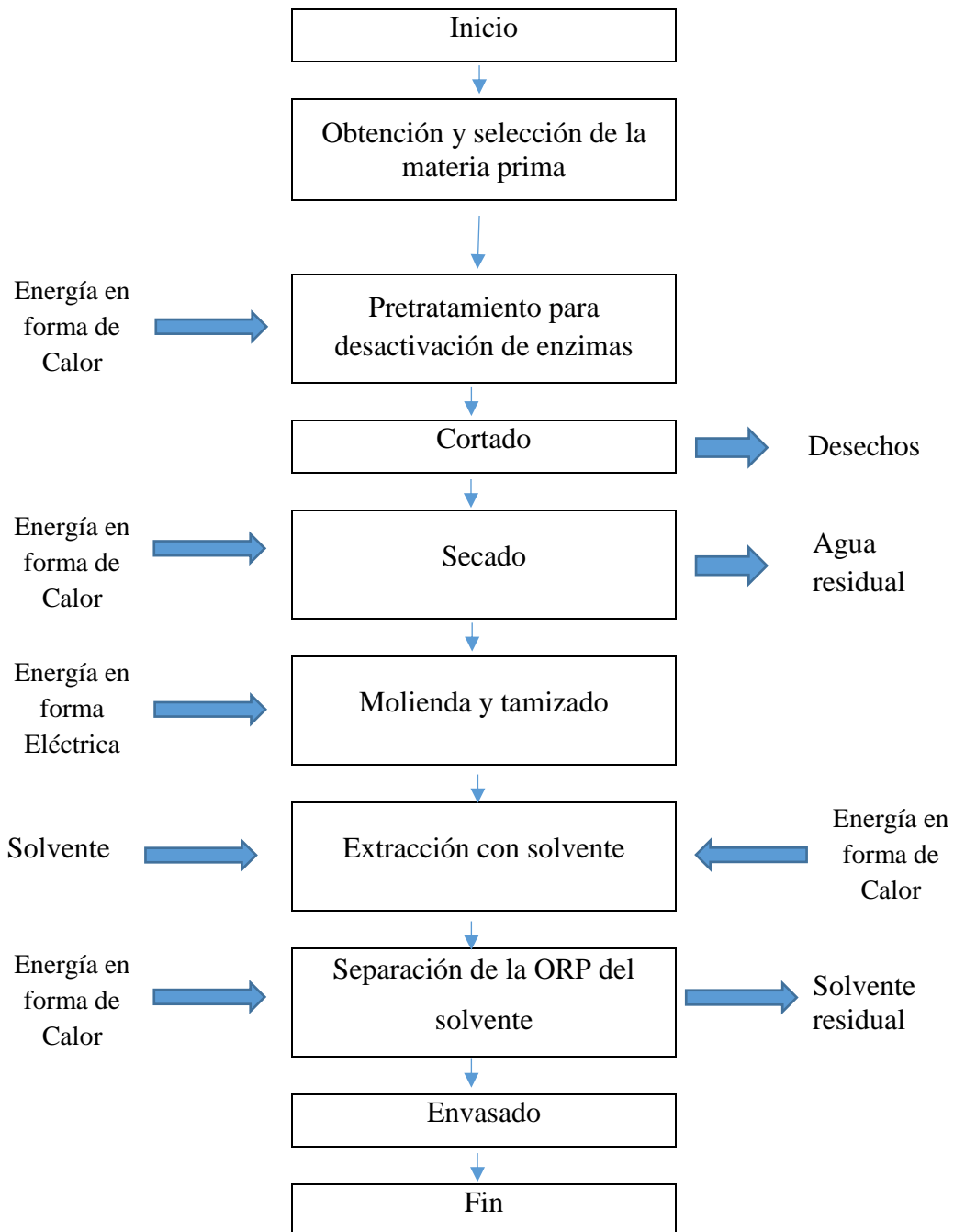


Figura 3-2 Diagrama de bloques del proceso experimental
Fuente: (Elaboración propia, 2018).

3.3.1 Inicio

Se ejecuta el proceso experimental para la extracción de la oleorresina de pimentón, (*capsicum annuum* L.) producida en el Valle Central de Tarija.

3.3.2 Obtención y selección de la materia prima

El pimiento se compró directamente de los productores del Valle Central de Tarija, observando que cumplan con buenas condiciones, para obtener un producto de mayor calidad.

Se selecciona los pimientos tomando en cuenta varios aspectos: estado de maduración, color y tamaño. Los que no cumplan con un estándar (que no estén putrefactos, no tengan daños físicos), ya seleccionado se procederá a desecharlos.

Se escogen los pimientos color rojo, que tengan 4 cascos por la parte de abajo y que hayan sido cultivados en el Valle Central de Tarija. Se procede a limpiarlos con un paño húmedo; posteriormente se lleva al pesaje, los pimientos.

3.3.3 Pretratamiento para desactivación de enzimas

Es un procedimiento que inactiva la lipoxigenasa, enzima catalizadora de la descomposición oxidativa de los carotenoides, además mejora color, textura, sabor, y provoca un reblandecimiento de los tejidos lo que permite disminuir el tiempo de secado y de extracción. El pimentón fresco es pretratado durante cinco minutos a 60°C. Los resultados de pruebas a otras temperaturas y a otros tiempos no son buenos; el pimentón se decolora a altas temperaturas y se reblandece y se vuelve inmanejable con más de cinco minutos de escaldado a temperaturas menores a 60 °C, *ver anexo 2* (Cardona et al., 2006). Se introducen los pimientos enteros en la estufa que se encuentra en 60 °C, y se procede con los siguientes pasos en ausencia de luz, utilizando aluminio para cubrir las paredes del envase transportador.

3.3.4 Cortado

En esta etapa, al pimentón pretratado se le retira la semilla y se corta en tiras de aproximadamente 0,5 x 3 cm (Cardona et al., 2006). Con cuchillo de sierra, se retira semillas, tallos, etc. (se pesa los desechos), y se corta en forma longitudinal los

pimientos; se prepara rejillas con láminas de aluminio, lugar donde se acomodan los pimientos cortados tratando de optimizar espacio (ver anexo D).

3.3.5 Secado

En una estufa, se debe hacer secar sin recirculación de aire las tiras por 5 horas a una temperatura de bulbo seco de 58°C, y se debe cuidar que el pimentón no esté expuesto a la luz. En esta etapa se posibilita la extracción con solventes (Cardona et al., 2006).

Se introducen las rejillas con los pimientos cortados a la estufa, para proseguir con el secado donde se obtendrá una humedad del 13 al 20%, y se continúa con la molienda (ver anexo E).

3.3.6 Molienda

Para obtener diferentes tamaños de partícula se debe colocar el pimiento seco en tiras, en un equipo Moulinex, para disminuir el tamaño de la partícula, considerando su grado de humedad elevado que llevan los pimientos; se utilizó el equipo por 5 minutos con intervalos de 1 minuto para despegar el pimiento húmedo de las paredes y de las cuchillas (ver anexo F); posterior a la molienda, el pimiento molido se coloca en un tamizador para obtener la granulometría a usar en el diseño de experimentos, donde se obtuvo los resultados de porcentaje de retención en las mallas del tamiz, obteniendo los dos tamaños que son 0.5 mm y 2 mm de abertura de malla en tamices (ver tabla IV-1).

3.3.7 Extracción con solvente

El pimiento desmenuzado (pimentón), se debe introducir en un equipo soxhlet en cartuchos de papel filtro con porosidad 0,45 μm , con un solvente orgánico (etanol), usando el equipo soxhlet a una temperatura de 20°C por encima del punto de ebullición del solvente seleccionado (98° C). El tiempo de extracción debe ser de 3 y 5 horas respectivamente; también debe de protegerse de la luz.

Posteriormente se filtra, el etanol con ORP recuperado en un embudo Buchner acoplado a una bomba de vacío y papel filtro 0,45 μm (ver anexo G).

3.3.8 Separación de la ORP del solvente

El extracto obtenido se lleva al rotavapor, acoplado con una bomba de vacío, para retirar el solvente de la ORP, éste debe operar a una temperatura del baño maría de 40-45 °C, la bomba a una presión de 200 mmHg, por un tiempo aprox. de 1 hora, con una rotación de 200 rpm; en esta etapa se obtiene el producto terminado, y se debe esperar a que la ORP enfríe a temperatura ambiente para proceder a su almacenamiento donde se vierte en una probeta para medir el volumen obtenido de ORP y pesarlo para tener la densidad y su masa (ver anexo H).

3.3.9 Envasado

Se envasa en frascos pequeños de vidrio ámbar (aprox. 15 mL) con cierre hermético y en refrigeración con temperaturas que oscilan entre 4 a 15°C en ausencia de luz (ver anexo I).

3.4 Diseño experimental para la extracción de la ORP

Comprende: Identificar la variable respuesta. Definir los factores que afectan a la misma en la unidad experimental. Asignar los valores de rango y nivel de diseño para cada factor. Se utilizará el diseño factorial, análisis de varianza (ANOVA).

Se usa como prueba estadística, que tiene por objetivo el de definir una serie de pruebas en las cuales existen cambios en las variables de entrada del sistema a utilizar, de manera que sea posible observar e identificar por que se producen los cambios en la salida; de este modo el investigador puede obtener estimaciones con la mayor precisión posible.

Según las siguientes hipótesis, se lleva a cabo el diseño experimental:

- Existen cambios, por niveles de variación, en la concentración del solvente a utilizar.
- Existen cambios, por niveles de variación, en el tiempo de extracción.
- Existen cambios, por niveles de variación, en el tamaño de la partícula.
- Existen cambios, por la interacción, entre las 3 variables.

Por la relación, el experimento factorial debe ser de 3x2, donde existen tres variables cuantitativas: la concentración del solvente “c”, el tiempo de extracción “t” y el tamaño

de partícula “G”. Se tomó como constantes las variables de la temperatura de extracción (95 a 100°C), cantidad de materia prima (9 ± 0.5 g de pimentón), la cantidad de solvente (140 mL de etanol) y el flujo de agua de refrigeración (0.019 L/s). La variable respuesta es la cantidad de oleorresina (producto en gramos) extraído.

El modelo experimental será de 3×2 , donde son 2 niveles por 3 factores.

Factor c: concentración del solvente

Factor t: tiempo de extracción.

Factor G: tamaño de la partícula.

El número de experimentos a realizar, son:

$$N^{\circ} \text{ exp} = (N^{\circ} \text{ niveles f "C"} * N^{\circ} \text{ niveles f "t"} * N^{\circ} \text{ niveles f "G"}) * N^{\circ} \text{ repeticiones}$$

$$N^{\circ} \text{ exp} = (2 * 2 * 2) * 3 = 24$$

La tabla III-3 representa la matriz de diseño a ejecutar para la extracción de la ORP.

Tabla III-3

Matriz de diseño para la extracción experimental de oleorresina de pimentón

Prueba	Factor c	Factor t	Factor G
	Concentración solvente (%)	Tiempo (horas)	Granulometría
1	-	-	-
2	-	+	-
3	+	+	-
4	+	-	-
5	+	+	+
6	+	-	+
7	-	-	+
8	-	+	+
9	-	-	-
10	-	+	-
11	+	+	-
12	+	-	-
13	+	+	+
14	+	-	+
15	-	-	+
16	-	+	+
17	-	-	-
18	-	+	-
19	+	+	-
20	+	-	-
21	+	+	+
22	+	-	+
23	-	-	+
24	-	+	+

Fuente: (Elaboración propia, 2018).

Las variables a tomarse en cuenta para el diseño experimental, se muestran en la tabla III-4.

Tabla III-4
Niveles de variación de los factores

FACTORES	NIVELES	
	ALTO (+)	BAJO (-)
Concentración del solvente (%)	96	70
Tiempo de extracción (horas)	5	3
Granulometría (mm)	2	0.5

Fuente: (Elaboración propia, 2018).

La tabla III-5, nos muestra la combinación entre las variables en sus distintos niveles.

Tabla III-5
Plan de experimentación

Prueba	Factor c	Factor t	Factor G
	Conc. del solvente (%)	Tiempo de extracción (h)	Granulometría(mm)
1	96	5	G
2	96	5	P
3	96	3	G
4	96	3	P
5	70	5	G
6	70	5	P
7	70	3	G
8	70	3	P

Fuente: (Elaboración propia, 2018).

3.5 Procedimientos y técnicas empleados para la obtención de los resultados

3.5.1 Sustancias/Reactivos empleados

El reactivo a utilizar es el etanol Alcohol etílico 96° “SQF”, producido por el laboratorio SOLQUIFAR, con concentración de etanol de 96°, de grado alimenticio.

3.5.2 Materiales/Equipos empleados

Se utilizarán equipos y materiales del Laboratorio de Química y del Laboratorio de Operaciones Unitarias.

Equipos:

- Estufa “POL-EKO-APARATURA SP.J.”
- Moledora “Moulinex”
- Soxhlet “Gerhardt”

- Rotavapor “Ika® RV 10B S1”
- Baño maría “Ika® HB 10B”
- Bomba de vacío “Rocker 400”
- Balanza de humedad “KERN”
- Balanza analítica “KERN”
- Tamizadora “ORTO ALRESA”

Materiales de vidrio: envases pyrex (grande, mediano y pequeño), matraces Erlenmeyer (250 mL), balones con fondo plano (250 mL), vidrio reloj (grande y mediano), probeta (100 mL, 10 mL), termómetro (0-100 °C), pipetas graduadas (1, 5 mL), embudo Buschner, refrigerantes con serpentín.

Otros: plato de aluminio, cuchillo, cartón, aluminio, papel filtro, soporte metálico, pinza doble nuez, etc.

3.6 Análisis del producto a obtener

Debido a la falta de análisis específicos en la ciudad de Tarija (conteo de capsaicina y unidades de color), se hacen los análisis microbiológicos para demostrar que es un alimento inocuo para la salud, con los análisis que demuestran su calidad microbiológica.

Debe de tener un recuento total de microorganismos en placa (T.P.C.) inferior a 10 UFC/g, debe estar exento de Salmonella en 25 g, exento de coliformes y contener menos de 10 UFC/g de levaduras y hongos; en cualquier caso debe cumplir los requisitos microbiológicos que se exigirían a los alimentos (EVESA, 2006).

También se realizó una encuesta sobre las propiedades organolépticas que posee la oleoresina de pimentón, pudiéndose observar, oler y sentir las características con las que se asemeja al color, olor, sabor y pungencia que tiene el pimiento; la encuesta se basa en una comparación de la oleoresina extraída en el Laboratorio de Química con la de un pimiento fresco y recién cortado para poder comparar o asemejar el producto a la materia prima (ver resultados en *gráfica 4.1*); en la encuesta se realizaron preguntas en base a la escala de Likert, acerca del aroma a pimiento que tiene el presente producto, el sabor profundo a pimiento debido a que éste está concentrado, la tinción

como colorante vegetal (rojo intenso), y el nivel de pungencia que tiene (el picor que se asemeja a un pimiento fresco) (ver anexo 13).

CAPÍTULO IV
PARTE EXPERIMENTAL

IV. PARTE EXPERIMENTAL

4.1 Acondicionamiento de Materiales para el desarrollo del diseño experimental

Se realizó mediciones para el éxito y garantizar la buena medición en los resultados (ver anexo C).

Envases de Pyrex: se consiguió 3 envases de Pyrex, de distintos tamaños; éstos se los introdujo en una estufa a 105° C, por el tiempo de 1 horas, para lograr eliminar toda humedad que pueda estar teniendo para evitar así, errores en los cálculos; en este tiempo y a esta temperatura se logra mantener un peso constante, donde es llevado a un desecador, para que no gane la humedad ya eliminada, y se procede en el pesaje.

$$m_{\text{Pyrex grande}} = 879,18 \text{ g}$$

$$m_{\text{Pyrex mediano}} = 500,34 \text{ g}$$

$$m_{\text{Pyrex pequeño}} = 267,73 \text{ g}$$

Balón de Rotavapor: de la misma manera que en los envases Pyrex, se procede a introducir a estufa y mantener a masa constante en desecador.

$$m_{\text{balón IKA1}} = 336,28 \text{ g}$$

$$m_{\text{balón IKA2}} = 329,65 \text{ g}$$

Probetas: de la misma manera que en los envases Pyrex, se procede a meter las probetas de 10 mL a estufa y mantener a masa constante en desecador.

$$m_{\text{probeta (1)}} = 37,9052 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (2)}} = 37,9674 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (3)}} = 37,9035 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (4)}} = 37,8504 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (5)}} = 37,5917 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (6)}} = 38,3700 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (7)}} = 37,7548 \text{ g}$$

$$m_{\text{probeta (8)}} = 37,9369 \text{ g}$$

Papel filtro: se utilizó cartuchos originales del equipo y también cartuchos en forma de cucuruchos de papel filtro 0,45 μm por su porosidad y se engrampó y dobló en la parte inferior.

Cartucho	masa (g)	Cartucho	masa (g)	Cartucho	masa (g)
A ₁	0,586	C ₁	1,5718	E ₁	0,5884
A ₂	0,6223	C ₂	1,899	E ₂	0,4795
A ₃	0,5984	C ₃	1,9308	E ₃	0,5998
A ₄	0,6251	C ₄	1,8896	E ₄	0,682
B ₁	0,6025	D ₁	0,5334	F ₁	0,5563
B ₂	0,6269	D ₂	0,5408	F ₂	0,5404
B ₃	0,5675	D ₃	0,4992	F ₃	0,5675
B ₄	0,5309	D ₄	0,5374	F ₄	0,6643

Vidrio reloj: de la misma manera que en los envases Pyrex, se procede a meter a estufa y mantener a masa constante en desecador.

$$m_{\text{vidrio reloj 1}} = 59,9171 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 2}} = 58,6328 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 3}} = 34,9178 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 4}} = 35,0072 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 5}} = 23,4175 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 6}} = 23,4765 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 7}} = 24,7954 \text{ g}$$

$$m_{\text{vidrio reloj 8}} = 23,4871 \text{ g}$$

4.2 Prueba preliminar

Para preceder con la parte experimental del proyecto, se realizó una prueba preliminar. Se pesó $m_{\text{cartucho}} = 0,6301 \text{ g}$, con un (pimentón + m_{cartucho}) = 6,8768, g haciendo las operaciones necesarias, se metió al soxhlet, con $V_{\text{etanol}} = 140 \text{ mL}$, siguiendo el diseño, 5 horas y 96% de conc. del solvente y granulometría de 2-0,5 mm; se obtiene la primera extracción.

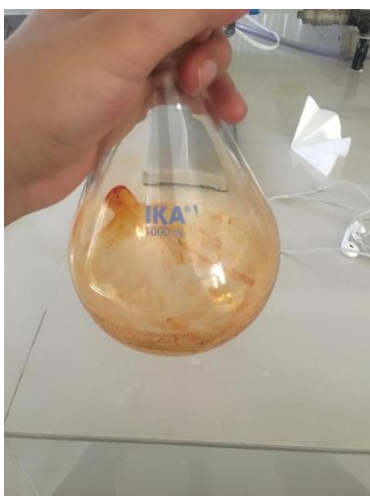
Se lleva a rotavapor con unas indicaciones de: $t = 45 \text{ minutos}$, $T_{\text{baño maría}} = 40 \text{ °C}$, $P = 200 \text{ mmHg}$, y $\text{RPM} = 200$. Para obtener así la primera oleorresina, como vemos a continuación.



$m_{\text{balón IKA2}} = 330,0 \text{ g}$



Primera extracción.



Se puede apreciar la ORP, no obstante no

es posible medir su volumen.



Se pesa el balón IKA2, y se observa que la masa es de 2,3 g de oleoresina.

Se concluye que por la escala de la extracción, se pesará el balón IKA con ORP (al obtener el Laboratorio de Química una balanza con capacidad de 0,01 g de precisión), y se verterá lo suficiente (aproximadamente 1 mL) en una probeta para obtener la densidad y el volumen, y así evitar pérdidas del producto.

4.3 Prueba experimental con diseño de experimentos

Prueba experimental 1: t = 5 h; C_{etanol} = 96 %; G = 2 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
A1	9,6371	0,586	9,0511	3,31
C1	10,5388	1,5718	8,967	3,29
E1	9,5855	0,5884	8,9971	3,24

Prueba experimental 2: t = 5 h; C_{etanol} = 96 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
A2	9,6545	0,6223	9,0323	3,38
C2	10,9831	1,8990	9,0841	3,45
E2	9,4897	0,4795	9,0102	3,48

Prueba experimental 3: t = 5 h; C_{etanol} = 70 %; G = 2 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
A3	9,5820	0,5984	8,9836	3,52
C3	10,9936	1,9331	9,0605	3,53
E3	9,6468	0,5998	9,0471	3,56

Prueba experimental 4: t = 5 h; C_{etanol} = 70 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
A4	9,7167	0,6251	9,0916	3,72
C4	10,9228	1,8896	9,0332	3,71
E4	9,7603	0,6820	9,0783	3,63

Prueba experimental 5: t = 3 h; C_{etanol} = 96 %; G = 2 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
B1	9,6662	0,6025	9,0637	2,77
D1	9,6175	0,5334	9,0841	2,81
F1	9,5290	0,5563	8,9727	2,71

Prueba experimental 6: t = 3 h; C_{etanol} = 96 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
B2	9,7921	0,6269	9,1652	2,90
D2	9,5527	0,5408	9,0119	2,93
F2	9,5675	0,5404	9,0271	2,99

Prueba experimental 7: t = 3 h; C_{etanol} = 70 %; G = 2 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
B3	9,5881	0,5675	9,0206	3,14
D3	9,5911	0,4992	9,0919	3,09
F3	9,6076	0,5154	9,0922	2,81

Prueba experimental 8: t = 3 h; C_{etanol} = 70 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Cartucho + pimentón g	Cartucho g	Pimentón g	ORP g
B4	9,6067	0,5309	9,0758	3,27
D4	9,5878	0,5374	9,0504	3,40
F4	10,1829	0,6643	9,5186	3,51

4.4 Rendimiento

Para obtener el rendimiento de extracción del diseño de experimentos y densidad de cada prueba, se aplica las siguientes fórmulas:

$$\%Rendimiento = \frac{m_{ORP}}{m_{pimentón}} * 100$$

$$\rho_{ORP} = \frac{m_{ORP}}{v_{ORP}}$$

Prueba experimental 1: t = 5 h; C_{etanol} = 96 %; G = 2 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
A1	9,0511	3,31	36,57
C1	8,967	3,29	36,65
E1	8,9971	3,24	35,97

Se tiene una masa de ORP con un volumen de ORP, medidos en una probeta previamente pesada y al ser la densidad una propiedad intensiva, ésta se mantiene para diferentes volúmenes, por lo cual se procedió a sacar el volumen total de ORP obtenido en cada prueba:

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
A1	1,3446	1,2	1,1205	2,95
C1	1,3638	1,2	1,1365	2,97
E1	1,1338	1,0	1,1338	3,11

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
A1	0,366g/1g pimentón
C1	0,366g/1g pimentón
E1	0.360g/1g pimentón

Prueba experimental 2: t = 5 h; C_{etanol} = 96 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
A2	9,0323	3,38	37,42
C2	9,0841	3,45	38,02
E2	9,0102	3,48	38,65

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
A2	1,3475	1,2	1,1229	3,31
C2	1,2229	1,1	1,1117	2,49
E2	1,1264	1	1,1264	2,57

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
A2	0.374g/1g pimentón
C2	0.380g/1g pimentón
E2	0.387g/1g pimentón

Prueba experimental 3: t = 5 h; C_{etanol} = 70 %; G = 2 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
A3	8,9836	3,52	39,23
C3	9,0605	3,53	38,95
E3	9,0471	3,56	39,31

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
A3	1,2917	1,1	1,1743	2,67
C3	1,6523	1,4	1,1802	2,77
E3	1,4017	1,2	1,1681	2,81

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
A3	0,392g/1g pimentón
C3	0,389g/1g pimentón
E3	0,393g/1g pimentón

Prueba experimental 4: t = 5 h; C_{etanol} = 70 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
A4	9,0916	3,72	40,88
C4	9,0332	3,71	41,09
E4	9,0783	3,63	39,98

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
A4	1,1645	1	1,1645	2,97
C4	1,3921	1,2	1,1601	3,04
E4	1,5149	1,3	1,1653	3,19

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
A4	0,408g/1g pimentón
C4	0,411g/1g pimentón
E4	0,400g/1g pimentón

Prueba experimental 5: t = 3 h; C_{etanol} = 96 %; G = 2 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
B1	9,0637	2,7735	30,60
D1	9,0841	2,8122	30,96
F1	8,9727	2,7102	30,21

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
B1	1,2636	1,1	1,1487	2,45
D1	1,1593	1	1,1593	2,53
F1	1,4829	1,3	1,1407	2,71

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
B1	0,306g/1g pimentón
D1	0,310g/1g pimentón
F1	0,302g/1g pimentón

Prueba experimental 6: t = 3 h; C_{etanol} = 96 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
B2	9,1652	2,90	31,61
D2	9,0119	2,93	32,48
F2	9,0271	2,99	33,12

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
B2	1,3697	1,2	1,1414	2,97
D2	1,3605	1,2	1,1338	2,85
F2	1,4790	1,3	1,1377	3,06

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
B2	0,316g/1g pimentón
D2	0,325g/1g pimentón
F2	0,331g/1g pimentón

Prueba experimental 7: t = 3 h; C_{etanol} = 70 %; G = 2 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
B3	9,0206	3,14	34,86
D3	9,0919	3,09	34,04
F3	9,0922	2,81	35,60

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
B3	1,7122	1,4	1,2230	2,91
D3	1,3269	1,1	1,2063	3,01
F3	1,2184	1,0	1,2184	2,22

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
B3	0,348g/1g pimentón
D3	0,340g/1g pimentón
F3	0,356g/1g pimentón

Prueba experimental 8: t = 3 h; C_{etanol} = 70 %; G = 0,5 mm.

Repetición	Pimentón g	ORP g	%Rendimiento
B4	9,0758	3,27	36,02
D4	9,0504	3,40	37,52
F4	9,5186	3,51	36,86

Repetición	ORP _{probeta} g	V ORP mL	Densidad g/mL	V total ORP mL
B4	1,1656	1,0	1,1656	2,57
D4	1,4287	1,2	1,1906	2,36
F4	1,4212	1,2	1,1843	2,96

El rendimiento obtenido en cada prueba, es:

Repetición	Rendimiento en ORP
B4	0,360g/1g pimentón
D4	0,375g/1g pimentón
F4	0,368g/1g pimentón

4.5 Balance de materia del proceso

Siguiendo el diseño de experimentos, por haber obtenido el mayor rendimiento:

$t = 5\text{h}$; $C_{\text{etanol}} = 70\%$; tamaño partícula = 0.5 mm.

Recepción de la materia prima, selección de la materia prima, pretratamiento para desactivación de enzimas.

En la etapa inicial, se adquiere los pimientos de los proveedores del Valle Central de Tarija. Posterior se elige los pimientos por color, estado de madurez, clase y tamaño; el resto se desecha.

Después, la corriente de entrada (pimientos), es calentada en estufa por 5 minutos para desactivar las enzimas oxidativas de la materia prima y se retira de la estufa; se pesa la cantidad de pimientos a utilizar en el proyecto.

En esta etapa, la corriente de entrada (pimientos), no obtiene ganancias ni sufre pérdidas.

$$C_A = 8335.69 \text{ g pimienta}$$

Cortado

La corriente de pimientos es cortado en tiras de 0.5 x 3 cm; son pesados los desechos y el pimiento húmedo; posterior son puestos (el pimiento) en láminas de aluminio.

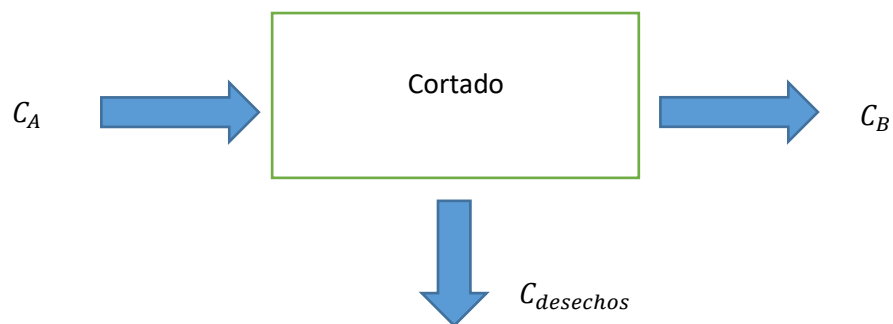
La corriente de pimientos (C_A) sufre pérdidas de desechos.

Datos de las corrientes entrantes y salientes:

$$C_A = 8335.69 \text{ g pimienta entero (Pesado en balanza analítica).}$$

$$C_B = 2598.29 \text{ g pimienta cortado y húmedo (Pesado en balanza analítica).}$$

$$C_{\text{desechos}} = 5737.40 \text{ g (Pesado en balanza analítica).}$$



Balance de materia del sistema:

$$C_A = C_B + C_{desechos}$$

$$8335.69g = 2598.29g + 5737.40g$$

$$8335.69g = 8335.69g$$

Se cumple que las entradas y salidas del sistema sean iguales.

Secado.

Los pimientos cortados en el aluminio, deben ser introducidos a la estufa nuevamente durante 5 horas, para reducir su humedad y poder así, extraer la oleoresina de pimentón (ver anexo E).

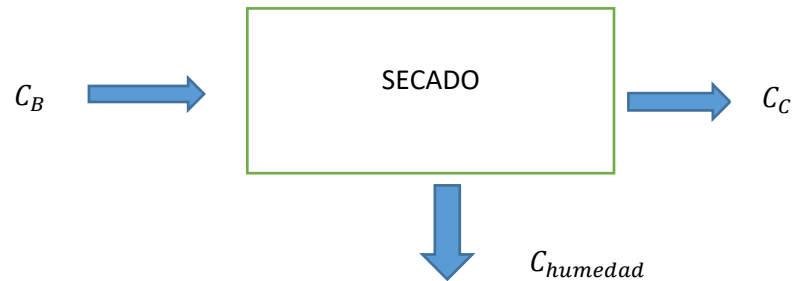
La corriente (C_B) sufre pérdidas (H_2O), al ser secado.

Datos de las corrientes entrantes y salientes:

$C_B = 2598.29 g$ pimiento cortado y húmedo (Pesado en balanza analítica).

$C_C = 377.61 g$ pimiento seco (Pesado en balanza analítica).

$C_{humedad} = 2220.68 g$ (Calculado teóricamente, con los datos experimentales).



Balance de materia del sistema:

$$C_B = C_C + C_{humedad}$$

$$2598.29g = 377.61g + 2220.68g$$

$$2598.29g = 2598.29g$$

Se cumple que las entradas y salidas del sistema sean iguales.

$$\%humedad = \frac{2220.68g}{2598.29g} * 100$$

$$\%humedad = 85.46\%$$

Se comprueba que la humedad del pimiento es del 85,46%, cumpliéndose con la bibliografía de tener una humedad que oscile entre 13 al 20% (14.54%).

Molienda

En esta etapa, se utilizó un equipo Moulinex, para disminuir el tamaño de la partícula, considerando su grado de humedad elevado que llevan los pimientos, se lo utilizó por 5 minutos con intervalos de 1 minuto para despegar el pimiento húmedo de las paredes y de las cuchillas (ver anexo F).

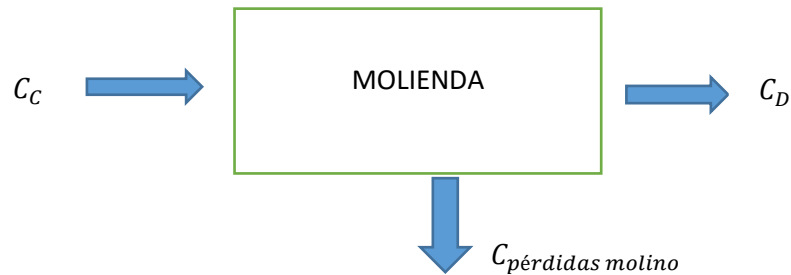
La corriente (C_C) sufre pérdidas al estar el pimiento con humedad, éste se pega en las paredes del equipo y de las cuchillas.

Datos de las corrientes entrantes y salientes:

$C_C = 377.61 \text{ g pimiento seco (Pesado en balanza analítica)}$.

$C_D = 363.01 \text{ g pimiento seco (Pesado en balanza analítica)}$.

$C_{p\acute{e}rdidas \text{ molino}} = 14.60 \text{ g (Calculado te\acute{o}ricamente, con los datos experimentales)}$.



Balance de materia del sistema:

$$C_C = C_D + C_{p\acute{e}rdidas \text{ molino}}$$

$$377.61g = 363.01g + 14.60g$$

$$377.61g = 377.61g$$

Se cumple que las entradas y salidas del sistema sean iguales.

Tamizado

Posterior a la molienda, la corriente de entrada (pimiento seco), es puesto en un tamizador (ver anexo F), para obtener la granulometría a usar en el diseño de experimentos, donde se obtuvo los resultados de porcentaje de retención en las mallas del tamiz. Obteniendo los sgtes. resultados por cada tamiz:

Tabla IV-1
Porcentaje de retención en cada tamiz.

Abertura en mm	g retenidos	porcentaje retenido por 363,01 g pimentón
4	38,94	10,73
2	120,82	33,28
1	73,67	20,29
0,5	115,29	31,76
0,25	8,65	2,38
0,063	3,78	1,04
Residuos	1,86	0,51

Fuente: (Elaboración propia, 2019).

Por lo que se decidió utilizar los gramos de pimientos retenidos en los tamices de 2 mm y 0.5 mm de abertura en malla para llevar a cabo el diseño de experimentos.

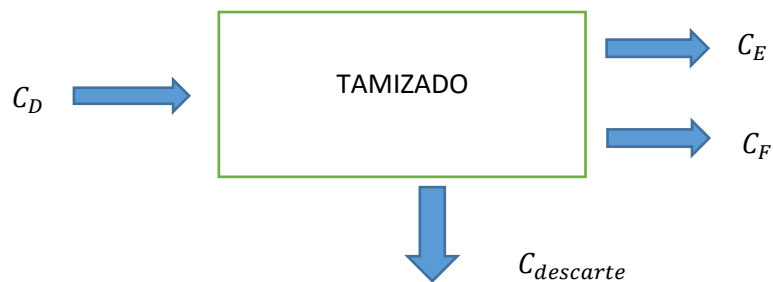
Datos de las corrientes entrantes y salientes:

$$C_D = 363.01 \text{ g pimiento seco}$$

$$C_E = 120.82 \text{ g pimiento retenido en abertura de malla en 2 mm}$$

$$C_F = 115.29 \text{ g pimiento retenido en abertura de malla en 0.5 mm}$$

$$C_{descarte} = 126.9 \text{ g pimiento seco descartado}$$



Balance de materia del sistema:

$$C_D = C_E + C_F + C_{descarte}$$

$$363.01g = 120.82g + 115.29g + 126.9g$$

$$363.01g = 363.01g$$

Se cumple que las entradas y salidas del sistema sean iguales.

$$\text{rendimiento} = \frac{m_{\text{pimiento retenido en mallas 2 y 0.5}}}{m_{\text{inicial de pimiento}}} * 100$$

$$\text{rendimiento} = \frac{m_{CE} + m_{CF}}{m_{CA}} * 100$$

$$\text{rendimiento} = \frac{236.11 \text{ g}}{8335.69 \text{ g}} * 100$$

$$\text{rendimiento} = 2.83\%$$

Con una corriente inicial de 8335.69 g de pimiento, obtenemos 236.11 g de pimiento molido utilizables retenidos en mallas 2 y 0.5, para la extracción de la ORP (120.82 g en tamiz de 2 mm de abertura y 115.29 g en malla 0.5 mm); por lo que el rendimiento es de 2.83%.

Extracción con solvente Soxhlet

Se introduce el pimentón (pimiento seco) aprox. 9 g en cartuchos hechos de papel filtro; se coloca éste en un equipo soxhlet, previamente instalado a un balón de fondo plano con etanol (140 mL); se arma el equipo con la refrigeración correspondiente y un caudal constante, y se cumple con el diseño de experimentos (tiempo de extracción, concentración del solvente y tamaño de la partícula).

Datos de las corrientes que entran y salen en el Soxhlet, obtenidos mediante la práctica y la medición en los instrumentos adecuados (balanza analítica, probetas):

$$C_1 = 9.0332 \text{ g pimiento seco (Pesado en balanza analítica)}.$$

$\text{Rendimiento} = 41.0984\% = 0.410984 = x_{ORP}$ (Obtenido al finalizar el experimento, sabiendo que el rendimiento es el porcentaje de oleorresina contenido en 9.0332 g de pimiento, puesto que su fracción debe ser el rendimiento/100).

$x_{borra} = 1 - x_{ORP} = 0.589016$ (Obtenido de la diferencia de la fracción de ORP con la unidad).

$\rho_{ORP} = 1.1601 \text{ g/mL}$ (Dato calculado con una probeta de 5 mL, previamente tarada para poder sacar su densidad).

$C_{etanol} = 140 \text{ mL}$ (Medido en una probeta).

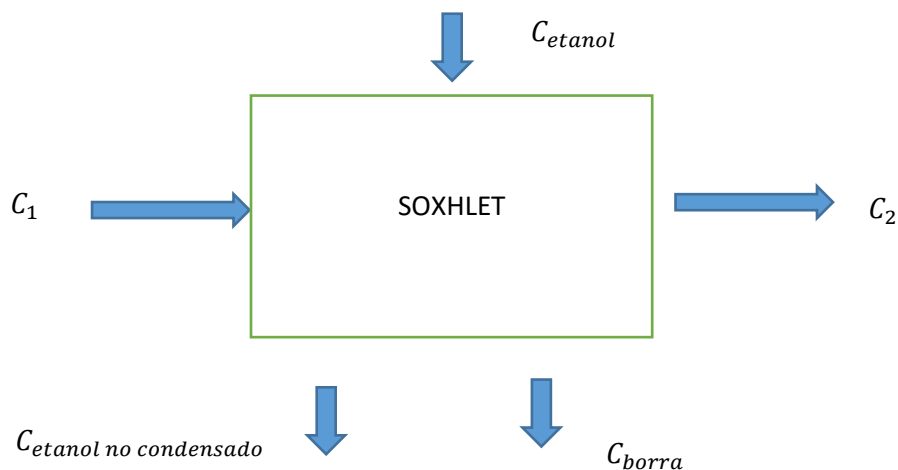
$\rho_{etanol 70\%} = 0.868 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$ (Dato obtenido de "Molecular markers and plant biotechnology").

$C_2 = (C_{etoh(g)} + C_{1(g)}) 140 \text{ mL}$ mezcla etoh con ORP (Obtenido por medición).

$\rho_{C_2} = 0.843 \text{ g/mL}$ (La densidad por ser una propiedad intensiva, se la calcula de la manera sgte.: se hace la diferencia de una probeta de 5 mL previamente tarada con la misma probeta con la C_2 , vemos el volumen y con el peso calculamos su densidad).

$C_{borra} = 5.3207 \text{ g}$ pimentón residual (Pesado en balanza analítica).

$C_{etanol \text{ no condensado}} = 4 \text{ mL}$ (Pérdidas por la eficiencia del serpentín, calculado teóricamente).



Balance de materia del sistema:

$$C_{salen\ del\ sistema} = C_{entran\ al\ sistema}$$

$$C_2 + C_{etanol\ no\ condensado} + C_{borra} = C_1 + C_{etanol}$$

Sabiendo que la C_1 tiene contenido de ORP y el pimienta residual (9.0332g pimienta = 5.3207g pimienta residual + 3.7125g ORP). Transformamos la ORP en mL para obtener un balance en mL.

$$\rho_{ORP} = \frac{m_{ORP}}{v_{ORP}}$$

$$v_{ORP} = \frac{m_{ORP}}{\rho_{ORP}}$$

$$v_{ORP} = \frac{3.7125g}{1.1601 \frac{g}{mL}}$$

$$v_{ORP} = 3.20mL$$

Volvemos al balance de materia del sistema:

$$140mL + 4mL + 5.3207g = (5.3207g + 3.2mL) + 140mL$$

$$144mL + 5.3207g = 143.2mL + 5.3207g$$

$$144mL = 143.2mL$$

Se demuestra la ley de la conservación de la materia; tienen una pequeña variación en la parte práctica con la teórica; esto puede deberse a la eficiencia del serpentín condensador, a errores de paralaje o instrumentales.

Comprobamos que la C_2 teórica sea igual o tenga una aproximación a la C_2 real.

$$C_2 = C_1 * x_{ORP} / \rho_{ORP} + C_{etanol} - C_{etanol\ no\ condensado}$$

$$C_2 = 9.0332g * \frac{0.410984}{1.1601g/mL} + 140mL - 4mL$$

$$C_2 = 139.20\ mL_{teórico} \leftarrow \text{-----} \rightarrow C_2 = 140\ mL_{reales}$$

Comprobamos que los datos de la corriente 2 (etanol + ORP), tienen una pequeña variación en la parte práctica con la teórica; se debe a lo mencionado en el párrafo anterior.

Para llevar a gramos, utilizamos la fórmula de la densidad para el etanol:

$$\rho_{etanol} = \frac{m_{etanol}}{v_{etanol}}$$

$$m_{etanol} = \rho_{etanol} * v_{etanol}$$

$$m_{etanol} = \frac{0.868g}{mL} * 140 mL$$

$$m_{etanol} = 121.52 g$$

De igual manera, realizamos el mismo procedimiento para tener la masa de la corriente 2 y del etanol no condensado:

$$m_{C2} = \rho_{C2} * C_2$$

$$m_{C2} = 0.843 \frac{g}{mL} * 140 mL$$

$$m_{C2} = 118.02 g$$

$$m_{etanol \text{ no condensado}} = \rho_{etanol} * v_{etanol}$$

$$m_{etanol \text{ no condensado}} = 0.868 \frac{g}{mL} * 4 mL$$

$$m_{etanol \text{ no condensado}} = 3.472 g$$

Teniendo las corrientes en la misma unidad, podemos seguir con el balance de materia:

$$C_1 + C_{etanol} = C_2 + C_{borra} + C_{etanol \text{ no condensado}}$$

$$C_1 x_{borra} + C_{etanol} = C_2 + C_{borra} + C_{etanol \text{ no condensado}}$$

$$9.0332g * 0.589016 + 121.52g = 118.02g + 5.3207g + 3.472g$$

$$126.84 g = 126.8127g$$

Podemos ver que lo real se aproxima a lo teórico; por las razones ya mencionadas, no se tiene un valor igual.

Filtrado

Se filtra la mezcla de ORP con etanol (C_2), en un papel filtro con embudo Buschner acoplado a una bomba de vacío en ausencia de luz (ver anexo G).

Datos de las corrientes que entran y salen del embudo Buschner:

$C_2 = 140 \text{ mL}$ mezcla etanol con ORP (Corriente que sale del balance del Soxhlet).

$C_3 = 139 \text{ mL}$ mezcla etanol con ORP filtrado (Medido en probeta).

$C_{\text{pérdidas}} = 1 \text{ mL}$ (Por la diferencia de la corriente entrante C_2 con la corriente que sale C_3).

$m_{\text{papel filtro}} = 0.3666 \text{ g}$ (Pesado en balanza analítica).

$m_{\text{papel filtro después del filtrado}} = 0.9113 \text{ g}$ (Pesado en balanza analítica).



Balance de materia del sistema:

$$C_{\text{entran al sistema}} = C_{\text{salen del sistema}}$$

$$C_2 = C_3 + C_{\text{pérdidas}}$$

Para calcular la corriente de pérdidas, se resta la masa de papel filtro después del filtrado, con la masa de papel filtro antes del filtrado.

$$C_{\text{pérdidas}} = m_{\text{papel filtro después del filtrado}} - m_{\text{papel filtro}}$$

$$C_{\text{pérdidas}} = 0.9113 - 0.3666 = 0.5447 \text{ g}$$

$$140\text{mL} = 139\text{mL} + \left(\frac{0.5447\text{g}}{0.843\text{g/mL}} \right)$$

$$140\text{ mL} = 139.6461\text{ mL}$$

Podemos ver que lo real se aproxima a lo teórico; por las razones ya mencionadas, no se tiene un valor igual.

Separación en Rotavapor

En esta etapa, se introduce la mezcla de ORP con etanol para separar el solvente, y así poder obtener la oleorresina de pimentón (ORP).

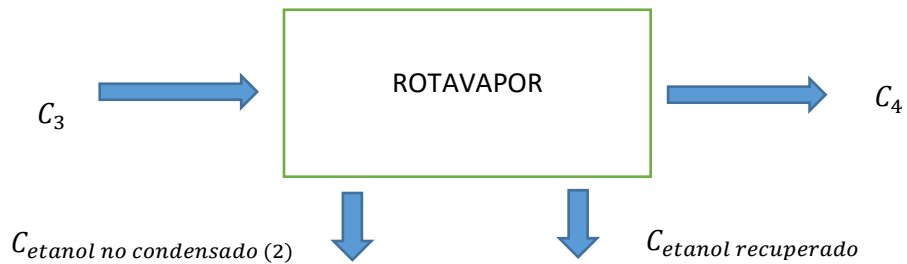
Datos de las corrientes que entran y salen en el Rotavapor:

$C_3 = 139\text{ mL}$ mezcla etanol con ORP filtrado (Medido en probeta).

$C_4 = 3.20\text{ mL}$ ORP (Medido en probeta).

$C_{\text{etanol recuperado}} = 83\text{ mL}$ (Medido en probeta).

$C_{\text{etanol no condensado (2)}} = 53\text{ mL}$ (Calculado teóricamente).



$$C_{\text{entran al sistema}} = C_{\text{salen del sistema}}$$

$$C_3 = C_4 + C_{\text{etanol recuperado}} + C_{\text{etanol no condensado (2)}}$$

$$C_3 = v_{\text{ORP}} + v_{\text{etanol}}$$

$$139\text{ mL} = 3.2\text{ mL} + 135.8\text{ mL}$$

$$v_{\text{ORP}} + v_{\text{etanol}} = C_4 + C_{\text{etanol recuperado}} + C_{\text{etanol no condensado (2)}}$$

$$3.2 + 135.8 = 3.2 + 83 + 53$$

$$139 \text{ mL} = 139.2 \text{ mL}$$

Envasado

Vertimos la ORP del balón IKA del Rotavapor en una probeta previamente pesada, para medir su volumen, calcular su densidad y el rendimiento; y posterior vertido en envases de vidrio ámbar.

Datos de las corrientes en la etapa de envasado:

$$m_{\text{balón IKA}} = 329.65 \text{ g (Pesado en balanza analítica).}$$

$$m_{\text{balón IKA+ORP}} = 333.36 \text{ g (Pesado en balanza analítica).}$$

$\rho_{\text{ORP}} = 1.1601 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$ (La densidad por ser una propiedad intensiva, se la calcula de la manera sgte.: se hace la diferencia de una probeta de 5 mL previamente tarada con la misma probeta con la C_4 contenida en ella, vemos el volumen y con el peso calculamos su densidad).

$$m_{\text{probeta(4)}} = 37.7915 \text{ g (Pesado en balanza analítica).}$$

$$m_{\text{probeta(4)+ORP}} = 39.1836 \text{ g (Pesado en balanza analítica).}$$

$$v_{\text{ORP probeta(4)}} = 1.2 \text{ mL (Medido en probeta).}$$

Para obtener la densidad, se vierte la ORP del balón IKA a una probeta (para evitar pérdidas), sabiendo que la densidad es una propiedad intensiva, por diferencia se obtiene la masa de ORP en la probeta y poder así tener la densidad; de la misma manera se obtiene la diferencia en el balón IKA (con y sin ORP), y con la densidad obtenemos el volumen total.

$$\rho_{\text{ORP}} = \frac{m_{\text{ORP}}}{v_{\text{ORP}}}$$

Para obtener la masa de ORP, hacemos una diferencia de una probeta previamente tarada, con la probeta con la ORP contenida en ella en un segundo tiempo:

$$m_{\text{ORP}} = m_{\text{probeta(4)+ORP}} - m_{\text{probeta(4)}}$$

$$m_{\text{ORP}} = 39.1836 \text{ g} - 37.7915 \text{ g}$$

$$m_{ORP} = 1.3921 \text{ g}$$

$$1.1601 \text{ g/mL} = \frac{1.3921 \text{ g}}{1.2 \text{ mL}}$$

Obtenemos la densidad de la ORP:

$$1.1601 \text{ g/mL} = 1.1601 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

De igual manera, realizamos el mismo procedimiento con el balón IKA del rotavapor, para cuantificar la cantidad total de ORP extraída.

$$v_{ORP \text{ total}} = \frac{m_{ORP \text{ total}}}{\rho_{ORP}}$$

$$m_{ORP \text{ total}} = m_{\text{balón IKA+ORP}} - m_{\text{balón IKA}}$$

$$m_{ORP \text{ total}} = 3.71 \text{ g}$$

$$v_{ORP \text{ total}} = \frac{3.71 \text{ g}}{1.1601 \text{ g/mL}}$$

$$v_{ORP} = 3.198 \text{ mL}$$

$$v_{ORP} = 3.198 \text{ mL} \leftrightarrow C_4 = 3.2 \text{ mL}$$

Se obtuvo 3.2 mL de ORP, en el proceso; ahora obtendremos el rendimiento del proceso:

$$\text{rendimiento} = \frac{m_{ORP}}{m_{\text{inicial de pimentón}}} * 100$$

$$\text{rendimiento} = \frac{m_{ORP}}{m_{c4+\text{pimentón}} - m_{c4}} * 100$$

$$\text{rendimiento} = \frac{3.71}{9.0332} * 100$$

$$\text{rendimiento} = 41.0970\%$$

4.6 Balance de energía del sistema

4.6.1 Balance energético/económico

Se aplicará un balance energético a los equipos más relevantes, utilizados para la extracción de la ORP, para obtener en función al tiempo de operación del mismo que

se medirá en kWh (kilowatts*hora); se despreciará el uso de equipos como balanzas analíticas, balanzas de secado, Moulinex y otros que no se hayan utilizado por al menos 1 hora.

Este balance será aplicado a los equipos que necesitaron energía eléctrica para su funcionamiento (medidos en potencia “watts”, datos obtenidos de las placas de los equipos) y poder así, extraer la ORP: estufa, Soxhlet, rotavapor y bomba de vacío.

Estufa “POL-EKO-APARATURA SP.J.”

Se utilizó la estufa del Laboratorio de Química “POL-EKO-APARATUS SP.J.”, para la desactivación de enzimas oxidativas, en una etapa de pretratamiento con un tiempo de operación de 1 hora (40 minutos de aclimatamiento de la estufa a la temperatura dada, 5 minutos de uso y 15 minutos en desuso para evitar choques térmicos); y para eliminar la humedad contenida en el pimienta posibilitando la extracción con etanol, con un tiempo de operación de 6 horas (40 minutos de aclimatamiento de la estufa a la temperatura dada, 5 horas de uso y 20 minutos en desuso para evitar choques térmicos).

$$P_{estufa} = 2400 W = 2.4 kW$$

$$t_{Operación 1} = 1 h$$

$$t_{Operación 2} = 6 h$$

$$Consumo de energía_1 (kWh) = 2.4 kW * 7h$$

$$Consumo de energía = 16.8 kWh$$

Soxhlet “Gerhardt”

Se utilizó el Soxhlet del Laboratorio de Química “Gerhardt”, para la extracción con etanol de la oleoresina de pimentón; en esta etapa, un calentador hace hervir el solvente (mezcla etanol-agua) para evaporarlo e iniciar el proceso extractivo por un tiempo de 5 horas, calculando después del primer ciclo (15 minutos); y se calculará la eficiencia que tenga el serpentín de refrigeración.

$$P_{\text{Soxhlet}} = 2700 \text{ W} = 2.7 \text{ kW}$$

$$t_{\text{Operación soxhlet}} = 5.25 \text{ h}$$

$$\text{Consumo de energía (kWh)} = 2.7 \text{ kW} * 5.25 \text{ h}$$

$$\text{Consumo de energía}_2 = 14.175 \text{ kWh}$$

Rotavapor “Ika® RV 10B S1”, Baño maría “Ika® HB 10B” y Bomba de vacío “Rocker 400”

Se utilizó el rotavapor del Laboratorio de Química “IKA® HB 10B” acoplado a una bomba de vacío “Rocker 400”, para la extracción de la mezcla etanol-agua; en esta etapa se debe separar el solvente de la oleoresina de pimentón, el equipo acoplado con una bomba de vacío para bajar la temperatura de ebullición y así no dañar el producto terminado, con rpm constante y temperatura constante; el rotavapor tiene un tiempo de operación de 1 hora, el baño maría tiene un tiempo de operación de 1 hora con 15 minutos, y la bomba de vacío un tiempo de 1 hora.

$$P_{\text{rotavapor}} = 75 \text{ W} = 0.075 \text{ kW}$$

$$P_{\text{baño maría}} = 1350 \text{ W} = 1.35 \text{ kW}$$

$$P_{\text{bomba de vacío}} = 100 \text{ W} = 0.1 \text{ kW}$$

$$t_{\text{Operación rotavapor}} = 1 \text{ h}$$

$$t_{\text{Operación baño maría}} = 1.25 \text{ h}$$

$$t_{\text{Operación bomba de vacío}} = 1 \text{ h}$$

$$\text{Consumo de energía}_3 \text{ (kWh)} = \sum_{i=m}^n P * t$$

$$\text{Consumo de energía} = 0.075 \text{ kW} * 1 \text{ h} + 1.35 \text{ kW} * 1.25 \text{ h} + 0.1 \text{ kW} * 1 \text{ h}$$

$$\text{Consumo de energía} = 1.862 \text{ kWh}$$

Consumo de energía total

Se obtiene el consumo total de energía de los equipos ya citados, conociendo con las tarifas de SETAR, monetizamos este gasto de energía:

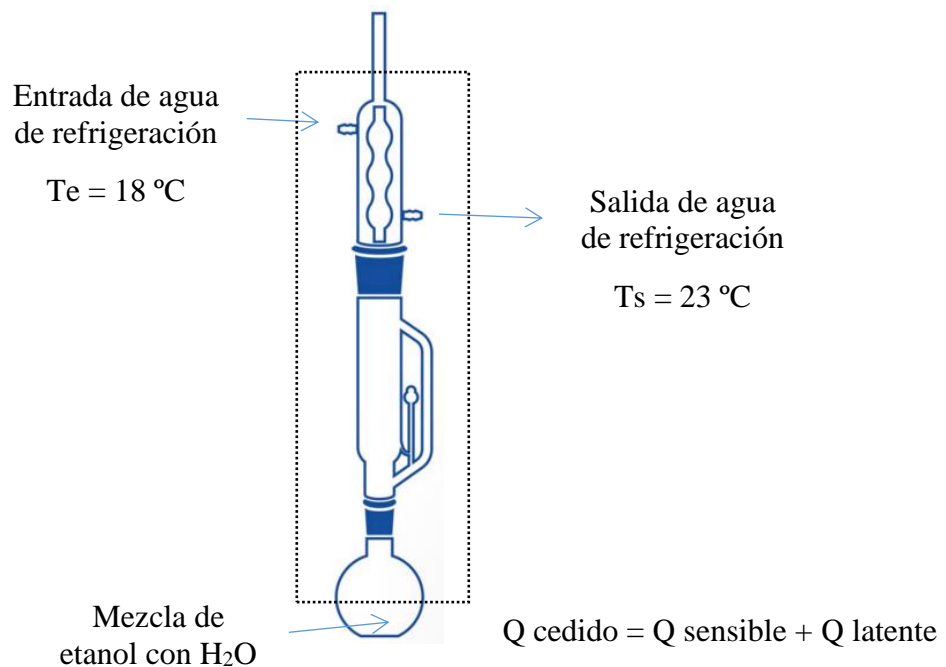
$$\text{Cons. de energía}_{total}$$

$$= \text{Cons. de energía}_1 + \text{Cons. de energía}_2 + \text{Cons. de energía}_3$$

$$\text{Cons. de energía}_{total} = 16.8 \text{ kWh} + 14.175 \text{ kWh} + 1.862 \text{ kWh}$$

$$\text{Cons. de energía}_{total} = 32.837 \text{ kWh}$$

4.6.2 Balance de energía en Soxhlet



Se realiza el balance de energía en el equipo Soxhlet, tomando en cuenta el sistema punteado para poder analizar la eficiencia del refrigerante para la condensación del solvente y el calor necesario en el calentador para llevar a cabo la extracción.

4.6.2.1 Balance de calor en el Calentador

Se debe calcular la cantidad de calor que es necesario para calentar la mezcla hasta llevar a su punto de ebullición (sin cambio de fase: calor sensible), y vaporizar la mezcla (con cambio de fase: calor latente) para que pueda darse la extracción.

Datos obtenidos de:

- D.D. Holmquist and D. Volz, “Chemistry With Computers”.
- Cátedra de Integración III, “Tablas de Vapor”.
- Dortmund Data Bank “Excess Heat Capacity Data”.
- Rukam S. Tomar, et al. “Molecular markers and plant biotechnology”.

$$c_{p_{etanol}} = 2428 \frac{J}{kg \text{ } ^\circ C}$$

$$c_{p_{H_2O}} = 4186 \frac{J}{kg \text{ } ^\circ C}$$

$$\lambda_{H_2O} = 2269146 \frac{J}{kg}$$

$$\lambda_{etanol} = 854000 \frac{J}{kg}$$

$$\rho_{etanol} = 0.789 \frac{g}{mL}$$

$$\rho_{H_2O} = 0.9982 \frac{g}{mL}$$

$$\rho_{mezcla \ 70\%} = 0.868 \frac{g}{mL}$$

$$P_{E_{mezcla \ 70\%}} = 85 \text{ } ^\circ C$$

Balance de energía en el calentador

$$Q_{cedido} = Q_{sensible} + Q_{latente}$$

$$Q_{sensible} = m_{mezcla} * c_{p_{mezcla}} * (T_{ebullición \ mezcla} - T_{inicial \ mezcla})$$

$$m_{mezcla} = m_{etanol} + m_{H2O}$$

De la fórmula de diluciones tenemos:

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Donde

C_1 = concentración deseada, mezcla al 70%

V_1 = volumen de 140 mL de mezcla

C_2 = concentración inicial, etanol al 96%

V_2 = volumen necesario, cantidad de etanol para diluir

$$\frac{C_1 * V_1}{C_2} = V_2$$

$$V_2 = \frac{140 \text{ mL} * 70\%}{96\%} = 102.0833 \text{ mL}$$

Por ser alcohol etílico al 96%, tiene un porcentaje de agua de 4% (fracción de 0.04).

$$V_2 = 102.0833 \text{ mL} + (102.0833 * 0.04)\text{mL} = 106.166 \text{ mL}$$

$$V_{H2O} = 140 \text{ mL} - 102.166 = 37.834 \text{ mL}$$

Reemplazando en la fórmula m_{mezcla} , y sabiendo que $m = \rho * V$

$$V_{mezcla} * \rho_{mezcla} = V_{etanol} * \rho_{etanol} + V_{H2O} * \rho_{H2O}$$

$$140 \text{ mL} * 0.868 \frac{\text{g}}{\text{mL}} = 106.1632\text{mL} * 0.789 \frac{\text{g}}{\text{mL}} + 37.834 \text{ mL} * 0.9982 \frac{\text{g}}{\text{mL}}$$

$$121.52\text{g} = 83.763\text{g} + 37.7659\text{g}$$

$$121.52\text{g} = 121.528\text{g}$$

$$m_{mezcla} = 121.528 \text{ g}$$

Para calcular el calor específico (c_p) de una mezcla, se usa la sgte. fórmula:

$$cp_{mezcla} = cp_{etanol} * \frac{m_{etanol}}{m_{total}} + cp_{H2O} * \frac{m_{H2O}}{m_{H2O}}$$

$$cp_{mezcla} = 2428 \frac{J}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{83.763g}{121.528g} + 4186 \frac{J}{Kg \text{ } ^\circ C} * \frac{37.7659g}{121.528g}$$

$$cp_{mezcla} = 2974.332 \frac{J}{Kg \text{ } ^\circ C}$$

$$Q_{sensible} = m_{mezcla} * cp_{mezcla} * (T_{salida} - T_{entrada})$$

$$Q_{sensible} = 0.121528 \text{ kg} * 2974.332 \frac{J}{kg \text{ } ^\circ C} * (85 - 18)^\circ C$$

$$Q_{sensible} = 24218.13 \text{ J}$$

Se necesita 24218.13 Joules, para calentar la mezcla de 18 °C (temperatura ambiente de la mezcla) a 85 °C (punto de ebullición de la mezcla) sin cambio de fase.

$$Q_{latente} = m_{mezcla} * \lambda_{mezcla}$$

Para calcular el calor latente de vaporización (λ) de una mezcla, se usa la sgte. fórmula:

$$\lambda_{mezcla} = \lambda_{etanol} * \frac{m_{etanol}}{m_{total}} + \lambda_{H2O} * \frac{m_{H2O}}{m_{H2O}}$$

$$\lambda_{mezcla} = 854000 \frac{J}{kg} * \frac{83.763 \text{ g}}{121.528 \text{ g}} + 2269146 \frac{J}{kg} * \frac{37.7659 \text{ g}}{121.528 \text{ g}}$$

$$\lambda_{mezcla} = 1293775.45 \frac{J}{kg}$$

$$Q_{latente} = m_{mezcla} * \lambda_{mezcla}$$

$$Q_{latente} = 0.121528 \text{ kg} * 1293775.45 \frac{J}{kg}$$

$$Q_{latente} = 157229.943 \text{ J}$$

Se necesita 157229.943 Joules, para cambiar de fase al solvente a temperatura constante (de líquido a vapor).

$$Q_{cedido} = Q_{sensible} + Q_{latente}$$

$$Q_{cedido} = 24218.13 J + 157229.943 J$$

$$Q_{cedido} = 181448.07 J$$

El calor que debe ceder el calentador a la mezcla del solvente para que tenga un incremento de temperatura hasta su cambio de fase, es de 181448.07 Joules.

4.6.2.2 Balance de calor en el flujo del refrigerante

Se debe calcular el intercambio de calor que existe entre el agua del grifo que pasa por el condensador en forma de serpentín, y que será el líquido de refrigeración para condensar el vapor de nuestra mezcla de solvente etanol con agua; como no existe cambio de fase del agua (calor latente), se calculará el calor ganado a la salida del sistema de extracción.

$$Q_{H_2O} = 0.019 \frac{L}{s}$$

$$c_{p_{H_2O}} = 4186 \frac{J}{kg \text{ } ^\circ C}$$

$$\rho_{H_2O} = 0.9982 \frac{g}{mL}$$

$$t_{operación} = 5 h$$

Balance de calor en el refrigerante

$$Q_{ganado} = Q_{sensible 2}$$

$$Q_{sensible 2} = m_{H_2O} * c_{p_{H_2O}} * (T_{salida} - T_{entrada})$$

La masa de H₂O es calculado mediante el caudal por el tiempo de operación de la extracción.

$$V_{H_2O} = Q_{H_2O} * t_{operación}$$

$$V_{H_2O} = 0.019 \frac{L}{s} * 5 h \frac{3600 s}{1 hora}$$

$$V_{H_2O} = 342 L$$

$$m_{H_2O} = \rho_{H_2O} * V_{H_2O}$$

$$m_{H_2O} = 0.9982 \frac{g}{mL} * 342000 mL$$

$$m_{H_2O} = 341384.4 g$$

$$Q_{sensible 2} = m_{H_2O} * c_{pH_2O} * (T_{salida} - T_{entrada})$$

$$Q_{sensible 2} = 341.3844 kg * 4186 \frac{J}{kg \text{ } ^\circ C} * (23 - 18)^\circ C$$

$$Q_{sensible 2} = 7145175.492 J$$

El calor ganado del agua de refrigeración es de 714575.492 Joules, cuando tiene un tiempo de operación de 5 horas, incrementando su temperatura inicial de 18 °C (temperatura del agua de grifo) a 25 °C (temperatura del agua a la salida del sistema).

4.6.2.3 Eficiencia del condensador

El calor cedido debería ser igual al calor ganado, para que éste pueda condensar la mezcla de solvente-etanol; haciendo una relación se obtiene la eficiencia del serpentín de refrigeración.

$$\xi = 1 - \frac{Q_{cedido}}{Q_{ganado}}$$

$$\xi = \left(1 - \frac{181448.07J}{714575.492 J} \right) * 100$$

$$\xi = 97.46\%$$

La eficiencia del serpentín de refrigeración es del 97.46%.

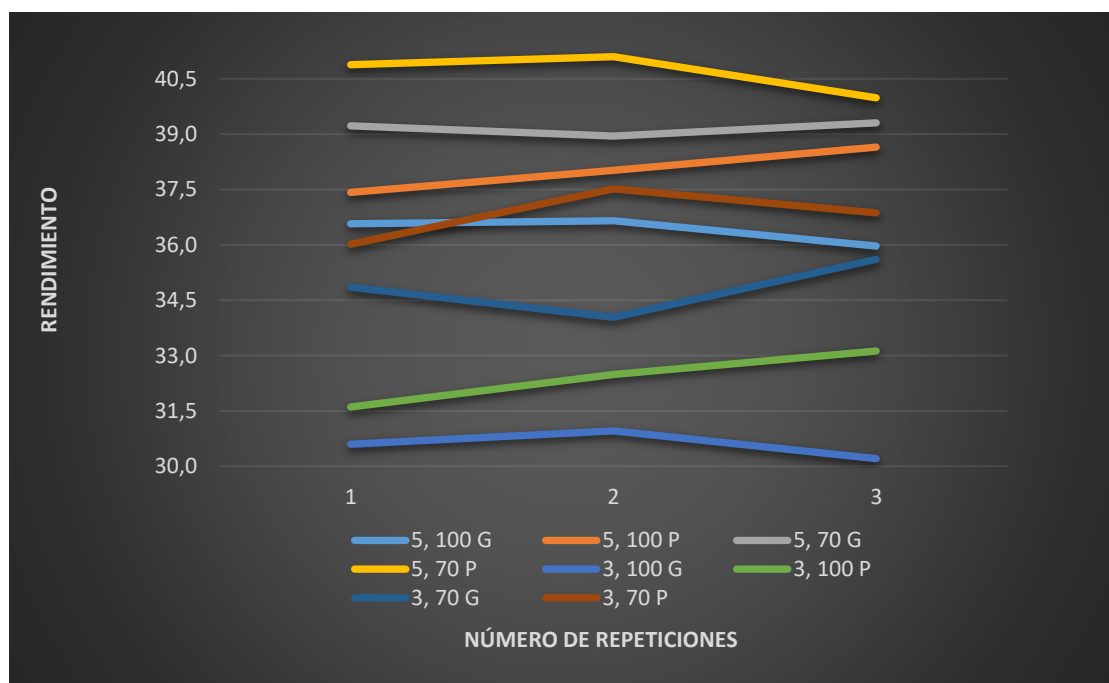
4.7 Análisis de los resultados

Para un mejor análisis de los resultados, observaremos la tabla IV-2, con los rendimientos obtenidos en cada prueba del diseño de experimentos.

Tabla IV-2
Cantidades por repetición de pimentón

Diseño	Rendimiento		
	1ra repetición	2da repetición	3ra repetición
5, 100 G	36,5704	36,6517	35,9668
5, 100 P	37,4202	38,6466	38,0215
5, 70 G	39,2270	38,9475	39,3051
5, 70 P	40,8789	41,0984	39,9841
3, 100 G	30,6001	30,9577	30,2054
3, 100 P	31,6057	32,4822	33,1215
3, 70 G	34,8564	34,0367	35,6046
3, 70 P	36,0162	37,5158	36,8631

Fuente: (Elaboración propia, 2019)

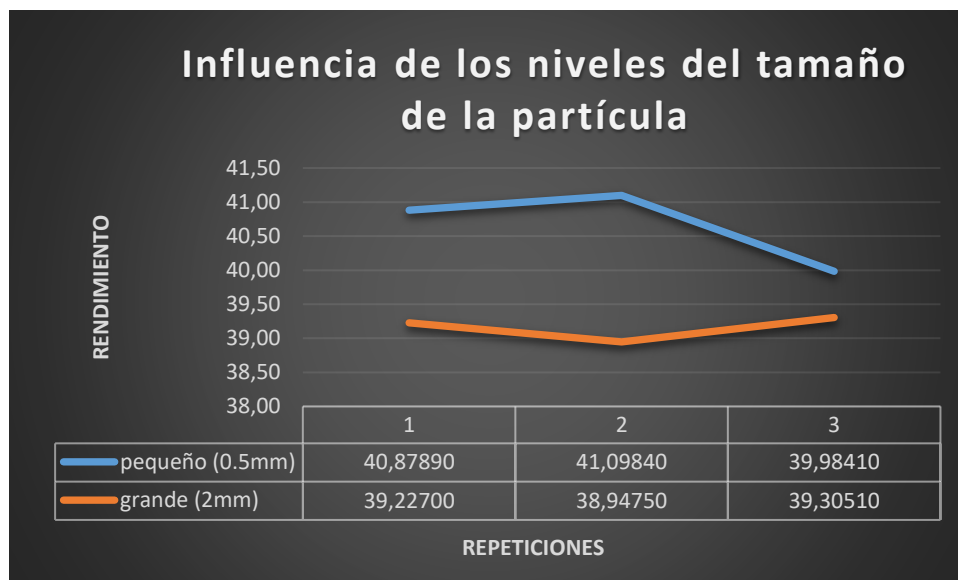


Podemos observar que el mayor rendimiento es la prueba 4 ($t = 5\text{h}$; $C_{\text{etanol}} = 70\%$; Granulometría = 0.5 mm) de la segunda repetición con 41.0984%; y el menor rendimiento del diseño de experimentos es de la prueba 5 ($t = 3\text{h}$; $C_{\text{etanol}} = 96\%$; Granulometría = 2 mm) de la tercera repetición con 30.2054 %.

Se observa que las hipótesis son correctas, al existir diferencia en el rendimiento por los tres factores (tiempo, concentración del solvente, granulometría).

Observación 1

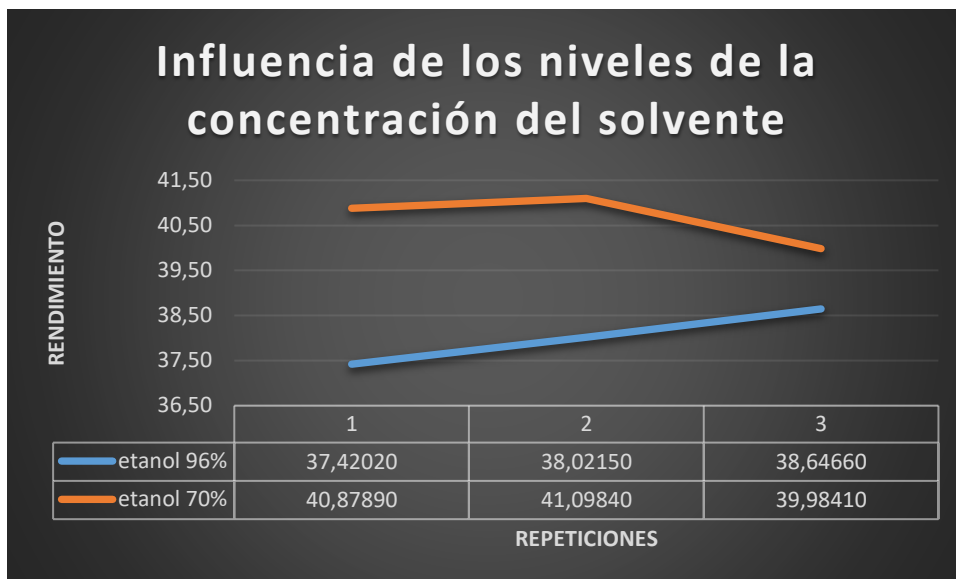
Se aprecia por la siguiente tabla una tendencia de los rendimientos entre los niveles del factor “granulometría”.



Donde observamos que los mayores rendimientos, manteniendo como constantes el tiempo de extracción y la concentración del solvente (5h y 70%, respectivamente); son los del tamaño pequeño de partícula (0.5mm), esto es debido a que el área de contacto entre las partículas con el solvente es mayor, lo que posibilita una mejora en la extracción de la oleoresina.

Observación 2

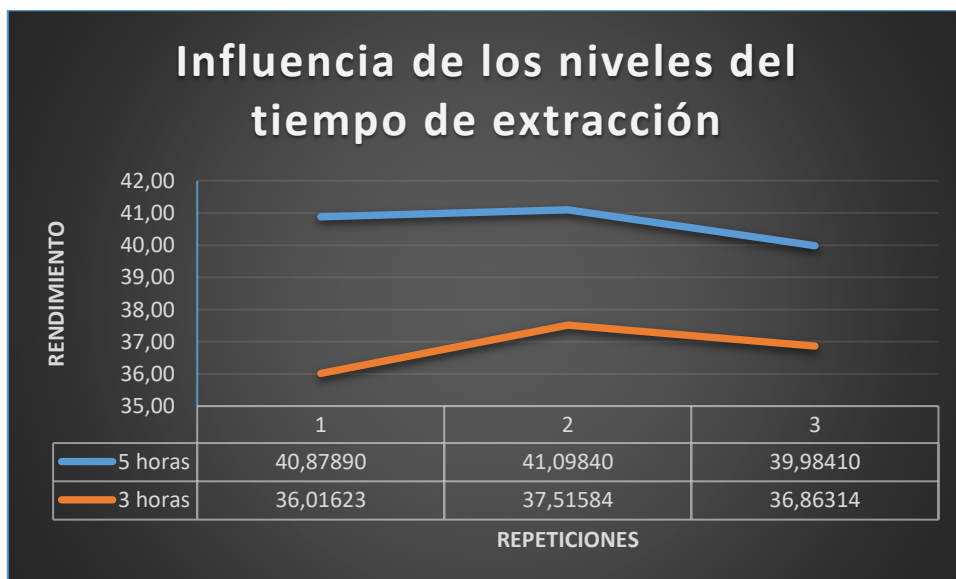
Se aprecia por la siguiente tabla una tendencia de los rendimientos entre los niveles del factor “concentración del solvente”.



Donde observamos que los mayores rendimientos, manteniendo como constantes el tiempo de extracción y la granulometría (5h y 0.05mm, respectivamente); son los de la concentración menor de etanol (70%), con mayor contenido de agua en el solvente, mayor es la cantidad de producto obtenido; esto se debe a que algunos compuestos de la ORP tienen afinidad con el agua.

Observación 3

Se aprecia por la siguiente tabla una tendencia de los rendimientos entre los niveles del factor “tiempo de extracción”.



Donde observamos que los mayores rendimientos, manteniendo como constantes la concentración del solvente y la granulometría (70% y 0.05mm, respectivamente), son los del tiempo mayor (5 horas); sabiendo que se completa un ciclo aprox. cada 15 minutos, por lo cual son 4 ciclos/hora, entonces tenemos que se cumplen 20 ciclos de extracción en las 5 horas, lo que mejora el rendimiento, al tener mayor tiempo extractivo para la oleoresina; el factor tiempo es influyente en la extracción porque a mayor tiempo mayor es la cantidad de ORP extraída, siendo un parámetro a cuidar debido a que con un tiempo mayor, la extracción puede arrastrar compuestos indeseados.

Análisis ANOVA

Para tener un resultado significativo, se debe tomar en cuenta los factores y sus interacciones entre sí, que tenga un valor menor al 0.05 (lo que significa un nivel de confiabilidad del 95%).

Pruebas de los efectos inter-sujetos

Variable dependiente: rendimiento

Origen	Suma de cuadrados tipo III	gl	Media cuadrática	F	Sig.
Modelo corregido	240,136 ^a	6	40,023	120,781	,000
Intersección	31290,297	1	31290,297	94428,203	,000
tiempo	144,319	1	144,319	435,527	,000
conc	73,794	1	73,794	222,697	,000
granul	17,897	1	17,897	54,008	,000
tiempo * conc	3,966	1	3,966	11,969	,003
tiempo * granul	,160	1	,160	,484	,496
conc * granul	4,704E-5	1	4,704E-5	,000	,991
Error	5,633	17	,331		
Total	31536,067	24			
Total corregida	245,770	23			

a. R cuadrado = .977 (R cuadrado corregida = .969)

Se puede observar, que cumplen el requisito las tres variables, y una interacción, que es la de tiempo*concentración. ($0.03 < 0.05$).

En la siguiente imagen, se puede observar el resumen del modelo obtenido.

ANOVA^b

Modelo		Suma de cuadrados	gl	Media cuadrática	F	Sig.
1	Regresión	239,976	4	59,994	196,745	,000 ^a
	Residual	5,794	19	,305		
	Total	245,770	23			

a. Variables predictoras: (Constante), tiempoconc, granul, conc, tiempo

b. Variable dependiente: rend

Coefficientes^a

Modelo	Coeficientes no estandarizados		Coeficientes tipificados		Sig.	Intervalo de confianza de 95.0% para B	
	B	Error típ.	Beta	t		Límite inferior	Límite superior
1 (Constante)	36,108	,113		320,334	,000	35,872	36,344
Tiempo	2,452	,113	,766	21,755	,000	2,216	2,688
Conc	-1,754	,113	-,548	-15,556	,000	-1,989	-1,518
Granul	-,864	,113	-,270	-7,661	,000	-1,099	-,628
Tiemp*conc	,407	,113	,127	3,606	,002	,171	,642

a. Variable dependiente: rendimiento

Interpretando la tabla del ANOVA, se puede observar que la variable más significativa es el tiempo de extracción, y en menor proporción la de la interacción tiempo*concentración.

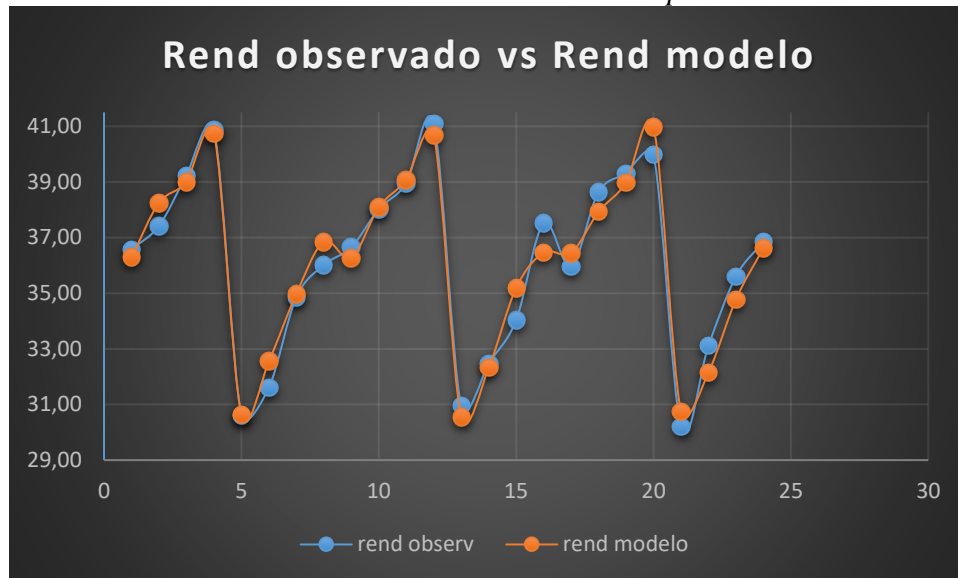
Donde obtenemos el modelo:

$$\text{Rendimiento} = 36.108 + 2.452*t - 1.754*c - 0.864*G + 0.407 (t*c)$$

Tenemos el rendimiento observado con el rendimiento resultado del modelo, según el análisis ANOVA, como podemos ver a continuación en la gráfica 4.1.

Gráfica 4.1

Rendimiento observado vs rendimiento del modelo por análisis ANOVA



Fuente: (Elaboración propia, 2019).

En esta gráfica se puede observar, el rendimiento observado (obtenido en la práctica), con el rendimiento del modelo (ANOVA).

Resumen

Se obtuvo la ORP de manera satisfactoria, viendo que existen pérdidas en el proceso, sea de ORP, pimienta o etanol; por lo cual no es un proceso eficiente.

Se aprecia, por el diseño de experimentos que con un tiempo mayor de extracción con solvente en Soxhlet, mayor es la cantidad de producto obtenido.

Se aprecia, por el diseño de experimentos que con concentración de etanol con agua en un 70%, mayor es el rendimiento de extracción.

Se aprecia, por el diseño de experimentos que con menor tamaño de la partícula, la cantidad de producto obtenido es mayor.

El etanol no se recupera en su totalidad, por esta razón sigue siendo factible utilizar solventes orgánicos que sean más económicos para la extracción.

Según el balance de energía, podemos ver que los costos de energía eléctrica no son relevantes; pero se tendría que analizar los costos en un estudio de prefactibilidad, si se quiere poder extraer oleorresina de pimentón industrialmente.

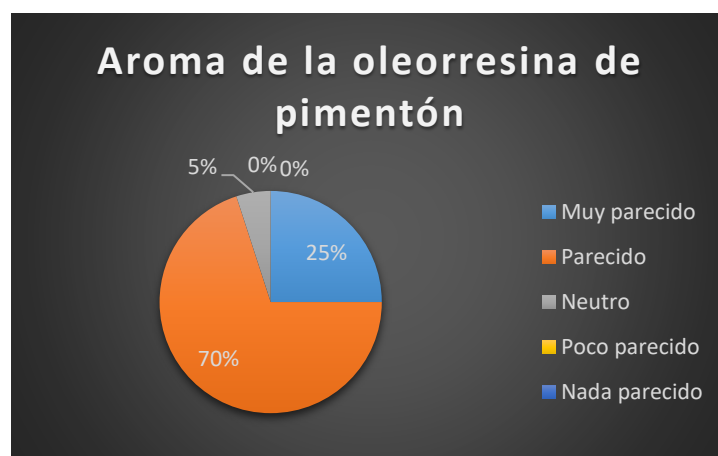
La eficiencia del serpentín de refrigeración es buena, alcanzando un valor de 97.46%; se podría analizar la eficiencia de un refrigerante sin serpentín, para abaratar costos, pensando en montar equipos para la extracción de ORP industrialmente.

El análisis ANOVA, demuestra que el tiempo es la variable predominante para el diseño de experimentos, y no así la Granulometría ni la concentración del solvente.

4.8 Resultado de las encuestas

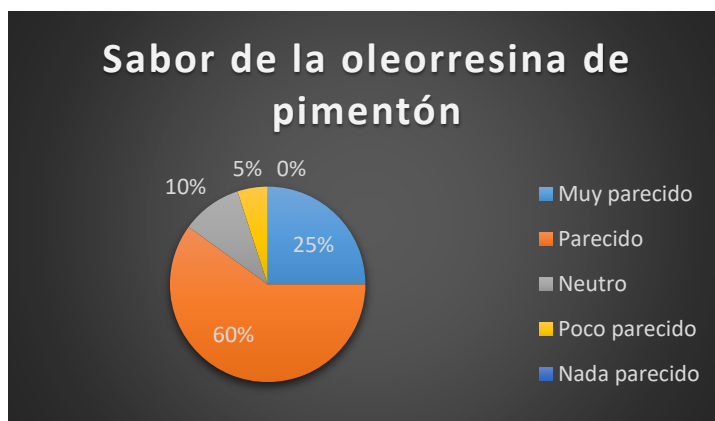
Según la encuesta aplicada a 20 personas, donde cada pregunta es acerca de las propiedades organolépticas de la oleorresina de pimentón extraída en el Laboratorio de Química, con un parecido al pimiento del cual es procedente la oleorresina del presente trabajo; se obtuvieron los siguientes resultados:

1. Resultados para el aroma



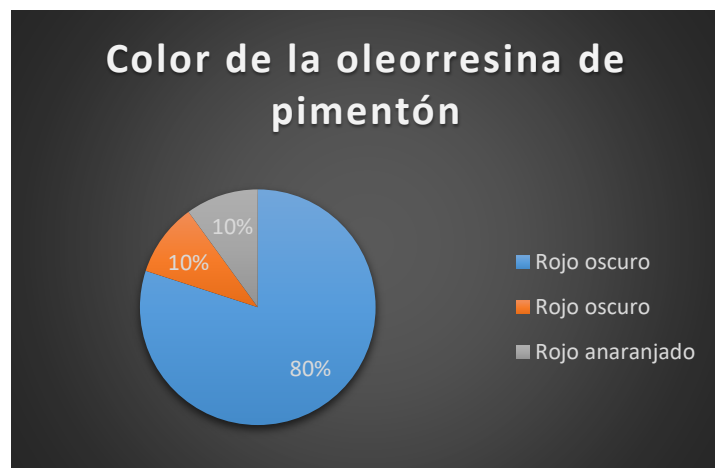
Observamos que el 25% de las respuestas de los encuestados, sienten que el aroma de la ORP es muy parecida al del pimiento; mientras que el 70% de los mismos, sienten parecido el aroma; y un 5% sienten un aroma neutro.

2. Resultados para el sabor



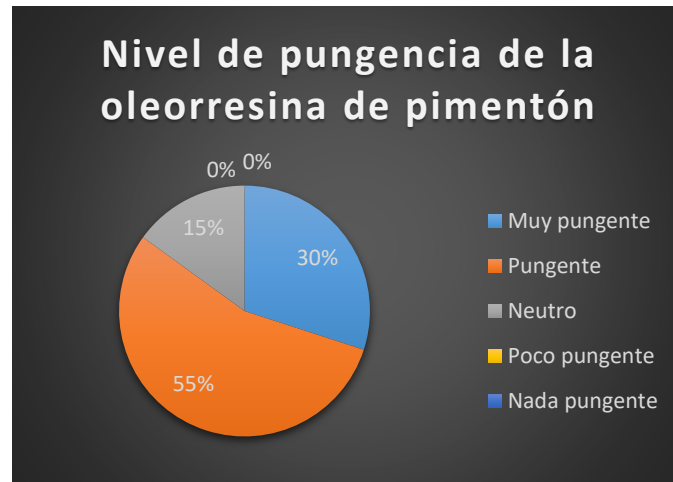
Observamos que el 25% de las respuestas de los encuestados, sienten que el sabor de la ORP es muy parecida al del pimiento; mientras que el 60% de los mismos, sienten parecido el sabor; un 10% sienten un aroma neutro; y un 5%, que es poco parecido.

3. Resultados para el color



Observamos que el 80% de las respuestas de los encuestados, observan que el color de la ORP es de rojo oscuro; mientras que el 10% de los mismos, observan que es de color rojo; y otro 10% observan que el color es rojo anaranjado.

4. Resultados para el nivel de pungencia

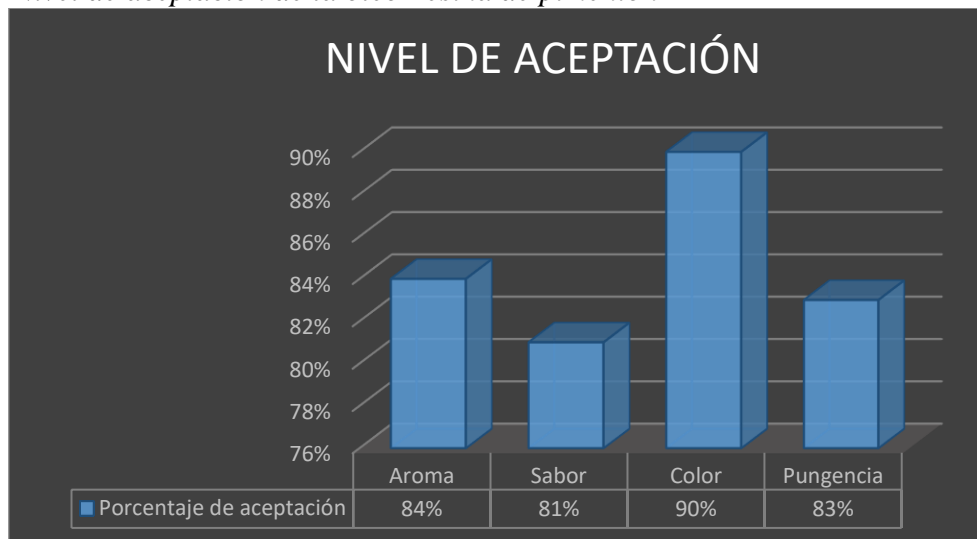


Observamos que el 30% de las respuestas de los encuestados, sienten que el nivel de pungencia de la ORP es muy picosa; mientras que el 55% de los mismos, sienten que la pungencia es picosa; y un 5% sienten que es neutra.

En la gráfica 4.2, podemos observar el nivel de aceptación del producto oleoresina de pimentón.

Gráfica 4.2

Nivel de aceptación de la oleoresina de pimentón



Fuente: (Elaboración propia, 2019).

Se puede ver la aceptación que tiene la oleoresina de pimentón en base al parecido que este conserva del pimiento; para el análisis de los resultados, se observa para cada pregunta (aroma, sabor, color y pungencia) la aceptación que ésta tendría ante las personas encuestadas.

Se elabora una escala para ver la aceptación (Martínez, 2019):

Para las preguntas 1, 2, 3 y 4 es posible dar una respuesta de satisfacción del 0 al 100%.

- Resultados del 0-25% implican insatisfacción general.
- Del 26-50%, insatisfacción con respecto de ciertas características.
- Del 51-80%, una disposición neutral.
- Y del 81-100%, satisfacción.

En el público objetivo, la pregunta referida al “aroma”, tiene un puntaje de 84%.

En la pregunta referida al “sabor”, tiene un puntaje de 81%.

En la pregunta referida al “color”, tiene un puntaje de 90%.

En la pregunta referida al “nivel de pungencia”, tiene un puntaje de 83%.

Por lo tanto, la oleoresina de pimentón tiene una satisfacción en general en todas sus características organolépticas; siendo la pregunta del color la más aceptada, seguida por el aroma, el nivel de pungencia y el sabor (Martínez, 2019).

4.9 Análisis del producto obtenido

Se obtuvo de manera satisfactoria la oleoresina de Pimentón, en el Laboratorio de Química (ver anexo I); haciendo pruebas macro al inicio para adecuar el proceso a las condiciones locales.

4.10 Control de calidad del producto obtenido

Se pueden observar los resultados de los análisis microbiológicos (ver anexo J) y las características organolépticas de la oleoresina obtenida experimentalmente según la encuesta (ver gráfica 4.2).

- UFC/mL $< 1.0 \times 10^1$ para análisis bacterias aerobias mesófilas.
- UFC/mL $< 1.0 \times 10^1$ para análisis de coliformes totales.
- UFC/mL $< 1.0 \times 10^1$ para análisis de coliformes termoresistentes.

- UFC/mL < 1.0×10^1 para análisis de mohos y levaduras.
- Color rojo intenso
- Olor a pimentón
- Sabor dulce
- Sabor y olor picante
- Densidad apreciable

CAPÍTULO V
CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

V. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

5.1 Conclusiones

- Se caracterizó la materia prima (pimiento) producido en el Valle Central de Tarija, en el Laboratorio CEANID (ver anexo 1).
- Se obtuvo de manera satisfactoria la ORP a partir de pimiento producido en el Valle Central de Tarija, Colón-Sud, de la provincia Avilés; realizándose los análisis microbiológicos (ver anexo 10) y organolépticos (ver gráfica 4.2) correspondientes.
- Se utilizó para la extracción de ORP, el método de extracción con solvente orgánico (etanol); se utilizaron variables en el equipo Soxhlet que son las más influyentes según bibliografía: tiempo de extracción del solvente, granulometría de la materia prima (pimiento) y concentración del solvente (etanol). Teniendo como resultado en el análisis de varianza ANOVA, que la variable más significativa es la del tiempo de extracción, y en menor proporción la de la interacción tiempo*concentración, por otra parte, la variable granulometría, no es considerada significativa según el análisis ANOVA, en el rendimiento de la extracción.
- Se realizaron los experimentos con base en el diseño experimental, haciendo variar tres factores en dos niveles cada uno de ellos, con tres repeticiones para ver su reproducibilidad.
- La prueba con mayor rendimiento es la de concentración de etanol del 70%, con un tiempo extractivo de 5 horas con tamaño de partícula de 0.5 mm de abertura de malla de tamiz; esto se debe a que algunos compuestos de la ORP son afines al agua y mientras sea mayor la superficie de contacto, mayor es el rendimiento de extracción.
- La densidad obtenida de la ORP a partir de pimiento producido en el Valle Central de Tarija, es distinta a la de la bibliografía, esto se debe a diversos factores que pueden influenciar en la obtención de la misma, como el ambiente, presión, temperatura, clase de pimiento y forma de cultivo.

5.2 Recomendaciones

- En el proceso extractivo del Soxhlet, mejorar el flujo de refrigerante que pasa por los tubos de extracción (aumentar la presión), para que tenga una mejor condensación el solvente por el contacto del vapor con el condensador en forma de serpentín, y así poder evitar pérdidas del solvente orgánico; y evaluar métodos para una recirculación del agua de refrigeración en las tuberías del desagüe, cuando se tenga que utilizar los equipos Soxhlet y rotavapor, debido al alto tiempo de funcionamiento que debe tener la corriente de refrigeración para la condensación del solvente.
- Con un estudio de mercado, analizar la factibilidad para la ampliación de la investigación para fines lucrativos con aplicaciones a mayor escala.
- Ampliar la investigación para la separación de la capsaicina de la oleorresina y hacer productos terminados con fines terapéuticos y farmacológicos.
- Utilizar otras especies de Capsicum (por ej. Capsicum chinense, etc.) para analizar las diferencias y saber cual tiene mayor rendimiento y concentración de capsaicina y sus derivados, para obtener productos con mayor calidad.