

UNIVERSIDAD NACIONAL DE SAN CRISTÓBAL DE HUAMANGA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y METALURGIA

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA AGROINDUSTRIAL



**EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE EXTRACCIÓN DE
LA NORBIXINA A PARTIR DE LAS SEMILLAS DE ACHIOTE
(*Bixa orellana L.*)**

TESIS PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO AGROINDUSTRIAL

PRESENTADO POR:

Bach. SANTOS FREDY QUISPE TICLLASUCA

AYACUCHO-PERÚ

2019

DEDICATORIA

A mi maravillosa familia, por su amor, guía y apoyo en todos los momentos de mi vida. Especialmente a mi padre: Florencio Quispe Cahuana y mi madre que está en el cielo Santa Rocinda Ticllasuca Huamani, de los cuales me siento orgulloso de las enseñanzas y valores que mi dieron.

A mis hermanas: Estela, Religiosa, Feliciano Josafat, Elisa, quienes me apoyaron y me dieron fuerzas para seguir adelante y nunca rendirme ante las adversidades de la vida.

AGRADECIMIENTO

A Dios por darme la vida y por estos años vividos. Porque ha estado conmigo a cada paso que doy, cuidándome y dándome fortaleza para seguir adelante.

A mi hermosa familia, que ha destinado tiempo para enseñarme nuevas cosas, para brindarme aportes invaluableles que servirán para toda mi vida, por ser mi fortaleza en todo momento. Gracias por darme a conocer que el tesoro más grandioso que tiene el ser humano es la familia.

A mis docentes de la Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga especialmente a los docentes de la Escuela Profesional de Ingeniera Agroindustrial FIQM, que contribuyeron en mi formación profesional durante mis cinco años.

Al Ing. Alfredo Arias Jara, asesor de este trabajo de investigación, por la orientación, el seguimiento y la supervisión continúa de la misma, pero sobre todo por la motivación y el apoyo recibido a lo largo de la ejecución de este trabajo de investigación.

Al Ing. Cueva Vargas, José Alberto por apoyo y aportes en el trabajo que desarrollado durante el periodo de elaboración de mi tesis.

A mis jurados calificadores por su tiempo y dedicación en la revisión de esta tesis y por sus valiosas recomendaciones con fines de mejorar la investigación correspondiente.

ÍNDICE GENERAL

CONTENIDO

DEDICATORIA.....	ii
AGRADECIMIENTO	iii
ÍNDICE GENERAL	iv
RESUMEN.....	x
ABSTRACT	xi
INTRODUCCIÓN	xii
SIMBOLOGÍA.....	xiii
GLOSARIO DE TÉRMINOS.....	xiv
LISTA DE FIGURAS	xvi
LISTA DE TABLAS	xix
LISTA DE ANEXO.....	xxi
CAPITULO I.....	1
GENERALIDADES.....	1
1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	1
1.1.1 Descripción del contexto.....	2
1.1.2 Delimitación del problema	3
1.1.3 Formulación del problema	4
1.2 OBJETIVOS.....	5
1.3 JUSTIFICACIÓN E IMPORTANCIA.....	6

1.4	ANTECEDENTES	6
1.5	HIPÓTESIS	9
1.6	VARIABLES	9
	CAPITULO II	11
2	FUNDAMENTO TEORICO	11
2.1	El ACHIOTE (<i>Bixa orellana</i> L.)	11
2.1.1	Origen y distribución	11
2.1.2	Nombres comunes	12
2.1.3	Taxonomía	12
2.1.4	Variedades del achiote	13
2.1.5	Descripción botánica	13
2.1.6	Ecología de cultivo de achiote	14
2.1.7	Características fisicoquímicas	14
2.2	COLORANTES	16
2.2.1	Los pigmentos sintéticos	16
2.2.2	Los pigmentos naturales	17
2.2.3	Colorante de achiote	18
2.2.4	Importancia comercial de colorante a base de la bixina	19
2.2.5	Análisis de pigmento de bixina y norbixina	20
2.2.6	Selección de longitud de onda de trabajo	23

2.2.7	Curva de calibración.....	24
2.3	OPERACIÓN DE LIXIVIACIÓN	25
2.3.1	Fundamento de lixiviación	25
2.3.2	Componentes identificados de lixiviación.....	25
2.3.3	Criterios en la elección del solvente.....	26
2.3.4	Aplicación en la industria.....	27
2.3.5	Factores que influyen en la lixiviación	28
2.3.6	Componentes y diagrama de lixiviación	29
2.4	EQUIPOS DE EXTRACCIÓN PARA COLORANTE.....	35
2.4.1	Operación en estado no estacionario.....	36
2.4.2	Operación en estado estacionario	38
2.5	TECNOLOGÍA DE EXTRACCIÓN DE COLORANTE DE ACHIOTE	41
2.5.1	Extracción en seco de lecho de chorro	42
2.5.2	Raspado y cribado.....	42
2.5.3	Lixiviación con agua y agitación.....	43
2.5.4	Extracción con soluciones acuosas alcalinizadas	43
2.5.5	Extracción con solventes orgánicos	45
2.5.6	Extracción supercrítica	45
2.5.7	Extracción con aceites.....	46
CAPITULO III.....		47

3	METODOLOGÍA DE TRABAJO	47
3.1	UBICACIÓN Y LUGAR DE TRABAJO	47
3.2	NATURALEZA DEL ESTUDIO	48
3.2.1	Delimitación del campo de estudio	48
3.2.2	Definir el tipo de investigación.....	48
3.2.3	Técnicas de recolección de datos	48
3.3	POBLACIÓN Y MUESTRA	48
3.4	EQUIPOS, MATERIALES E INSUMOS	50
3.4.1	Equipos.....	50
3.4.2	Materiales	50
3.4.3	Materia prima e insumos.....	51
3.4.4	Recursos Humanos.....	51
3.5	IDENTIFICACIÓN DE ACTIVIDADES PROGRAMÁTICAS	51
3.5.1	Estudio de preliminar	51
3.5.2	Estudio de definidos.....	53
3.6	DESCRIPCIÓN DE LOS MÉTODOS Y TÉCNICAS DE EVALUACION	53
3.6.1	Acondicionamiento de la muestra	53
3.6.2	Caracterización fisicoquímica.....	54
3.6.3	Determinación de norbixina.....	54
3.6.4	Obtención de norbixina concentrado en polvo.....	55

3.6.5	Espectrofotometría UV/VIS.....	55
3.6.6	Evaluación del espectro de absorbancia	56
3.6.7	Curva estándar de absorbancia para norbixina	56
3.6.8	Análisis de norbixina en muestras.....	57
3.6.9	Extracción del norbixina	57
3.6.10	Determinación de parámetros óptimos.....	57
3.6.11	Evaluación de resultados.....	58
3.6.12	Propuesta de extracción de colorante	58
CAPITULO IV		59
4	RESULTADOS EXPERIMENTALES.....	59
4.1	DESCRIPCIÓN DE TÉCNICA DE EVALUACION.....	59
4.1.1	Granulometría	59
4.1.2	Caracterización física	60
4.1.3	Caracterización química	64
4.1.4	Curva estándar de absorbancia de norbixina	68
4.1.5	Determinación de parámetros óptimos.....	69
CAPÍTULO V.....		74
5	ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	74
5.1	CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA	74
5.1.1	Granulometría.....	74

5.1.2	Características físicas	75
5.1.3	Características químicas	77
5.1.4	Evaluación del espectro de absorvancia	78
5.1.5	Curva estándar de absorbancia de norbixina.	79
5.2	DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS.	80
5.2.1	Elección del solvente	80
5.2.2	Concentración de NaOH	81
5.2.3	Tiempo de extracción.....	83
5.2.4	Grado de agitación.....	84
5.2.5	Relación de alimentación con disolvente.....	85
5.2.6	Temperatura.....	86
5.3	PROPUESTA DE EXTRACCIÓN DE COLORANTE	88
5.3.1	Pruebas de extracción múltiple.....	88
5.3.2	Evaluación balance de materia	88
5.3.3	Propuesta técnica	100
CONCLUSIONES.....		112
RECOMENDACIONES.....		113
BIBLIOGRAFÍA.....		114
ANEXO		118

RESUMEN

La investigación se enmarcó en la evaluación de los parámetros para la extracción de norbixina a partir de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) por lixiviación, realizado en los laboratorios de Transferencia de Masa, Biotecnología Agroindustrial, Análisis Instrumental e Hidrocarburo de la FIQM-UNSCH. Utilizando el achiote proveniente del centro poblado Villa Unión del distrito Anchihuay de la provincia Lamar en la región de Ayacucho.

La variedad utilizada fue la colorada siendo la caracterización físicoquímicas que dando resultados: color anaranjado intenso, forma piramidal, apariencia grano pequeño, humedad 8,84 %, ceniza 4,4 %, fibra bruta 17,02 %, proteína 14,78 %, grasa 4,15 %, carbohidratos 50,81 %.

Los parámetros evaluados de relevancia, en la extracción del colorante de las semillas de achiote, con los que se obtuvieron rendimientos favorables fueron: tipo de solvente adecuado es solución acuosa de NaOH siendo la concentración adecuada de 0,50 % (peso/volumen), tiempo de contacto 15 minutos, velocidad de agitación 150 rpm, relación de semilla solvente 1/10 mL (peso/volumen) y la temperatura es de 40 °C, siendo el rendimiento óptimo de 95,94 %.

Palabras claves: Achiote, lixiviación, norbixina, parámetros, extracción, absorbancia

ABSTRACT

The investigation was framed in the evaluation of the extraction parameters of norbixin from annatto seed (*Bixa orellana* L.), by leaching carried out in the laboratories of Mass Transfer, Agroindustrial Biotechnology, Instrumental Analysis and Hydrocarbon of the FIQM -UNSCH. Using as a raw material the annatto from the town of Villa Unión of the Anchihuay district of Lamar province in the Ayacucho region.

Achiote seed of the colored variety is used for physicochemical characterization purposes that give results: intense orange color, pyramidal shape, small grain appearance, humidity 8.84%, ash 4.4%, crude fiber 17.02%, protein 14.78%, fat 4.15%, carbohydrates 50.81%.

the evaluated parameters that have relevance in the extraction of the colorant of the achiote seeds, with which favorable yields were obtained were: type of suitable solvent is aqueous naoh solution being the appropriate concentration of 0.50% (weight / volume), contact time 15 minutes, stirring speed 150 rpm, solvent seed ratio 1/10 ml (weight / volume) and the temperature is 40 ° c, the optimum yield being 95.94%.

Keywords: annatto, leaching, norbixin, parameters, extraction, absorbance

INTRODUCCIÓN

Los colorantes naturales tienen mayor interés de los consumidores por las ventajas que tiene por no tener riesgo a la salud. Por lo tanto, se realizará la extracción del colorante natural por lixiviación, proveniente de centro poblado Villa Unión.

La operación unitaria de lixiviación es aplicada en la extracción de las semillas de achiote y la evaluación de sus parámetros óptimos, la lixiviación tiene gran importancia en un gran número de procesos tecnológicos.

La extracción de la norbixina de la semilla de achiote puede ser afectado por factores como: tipo de solvente, concentración de solvente, Temperatura del solvente, relación entre la cantidad de semilla y solvente, velocidad de agitación, tiempo de contacto.

En el presente estudio se va determinar la caracterización de la semilla de achiote, los parámetros de mayor importancia, proceso de extracción de mayor eficiencia a nivel de laboratorio. En la extracción de la norbixina de la semilla de achiote, de manera que se logre una máxima eficiencia tecnológica y económica para extraer los solutos de esta materia prima.

SIMBOLOGÍA

Símbolo	Significado
F	Alimentación
x_F	Fracción másica de norbixina en la alimentación
x_{DF}	Fracción másica de disolvente en la alimentación
S	Disolvente
y_s	Fracción másica de norbixina en el disolvente
M_i	Mezcla en el interior de lixiviación
x_{Mi}	Fracción másica de norbixina en el estado de mezcla
R_i	Residuo solido
x_i	Fracción másica de norbixina en el residuo
x_{Di}	Fracción másica de disolvente en el residuo
E_i	Extracto liquido
y_i	Fracción másica de norbixina en el extracto
K_i	Valor variable en solución retenida no constante
x_j	Fracción másica del soluto
x_{Dj}	Fracción másica del disolvente
SR	Solución retenida
I	Insoluble

GLOSARIO DE TÉRMINOS

1. **Absorbancia:** La absorbancia es definida como la intensidad de la luz con una longitud de onda específica y que es pasada en una muestra.
2. **Analito:** En química analítica, analito es un componente (elemento, compuesto o ion) de interés analítico de una muestra. Es una especie química cuya presencia o contenido se desea conocer, identificable y cuantificable, mediante un proceso de medición química.
3. **Bixina:** La bixina pertenece a la familia de los carotenoides. Colorante amarillo soluble en aceite, insoluble en agua.
4. **Carotenoides:** Son pigmentos orgánicos que se encuentran en las Plantas y otros organismos fotosintéticos. Brindan el Color amarillo, anaranjado o rojo a algunos vegetales. Los carotenoides se clasifican en dos grupos: Carotenos y xantofilas.
5. **Colorante:** Los colorantes son sustancias que se fijan en otras sustancias y las dotan de color de manera estable y permanente.
6. **Convección:** Es una de las tres formas de transferencia de calor y se caracteriza porque se produce por medio de un fluido (líquido o gas) que transporta el calor entre zonas con diferentes temperaturas.
7. **Difusión:** La difusión es un proceso físico irreversible, en el que partículas materiales se introducen en un medio que inicialmente estaba ausente, aumentando la entropía (desorden molecular) del sistema conjunto formado por las partículas difundidas o soluto y el medio donde se difunden o disuelven.
8. **Extracto:** Sustancia obtenida por extracción de una parte de una materia prima, a menudo usando un solvente.

- 9. Flavonoides:** Son pigmentos naturales presentes en vegetales. Brindan color amarillo y anaranjado a muchas Especies botánicas. Se divide en cuatro grupos Principales: flavonol, flavonona, calcuna y Antocianina.
- 10. Longitud de onda (λ):** Es la distancia entre los picos o cimas de una onda, está dado en cm, mm, nm, Å°, etc.
- 11. Norbixina:** Colorante contenido en el achiote, insoluble en aceite y soluble en agua.
- 12. Transmitancia:** La transmitancia óptica se refiere a la cantidad de luz que atraviesa un cuerpo, en una determinada longitud de onda. Cuando un haz de luz incide sobre un cuerpo traslúcido, una parte de esa luz es absorbida por el mismo, y otra fracción de ese haz de luz atravesará el cuerpo, según su transmitancia.
- 13. Sólidos solubles:** Se definen como todas aquellas sustancias que normalmente se presentan en estado sólido bajo condiciones ambientales pero que en ciertas circunstancias pasan a formar parte de una solución. Son ejemplos de ellos los azúcares y las sales, por lo tanto, siempre que se hace referencia a los sólidos solubles", inevitablemente estará implicada la presencia de una solución.
- 14. Solubilidad:** Indica la capacidad de solubilizarían y consecuente concentración que alcanzarían los solubles en el solvente utilizado; a mayor solubilidad se tiene mayor capacidad de extracción por unidad de solvente utilizado.
- 15. Selectividad:** Revela el grado de solubilidad selectiva o preferencial que tiene el disolvente líquido hacia un determinado soluto de interés durante la extracción.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estructura química de la bixina.	18
Figura 2. Estructura química de la norbixina.....	18
Figura 3. Curvas espectrofotométricas de bixina y norbixina	20
Figura 4. Ley de Lambert	22
Figura 5. Curva espectral (en este ejemplo $\lambda_{\text{máx.}} = \lambda_1$)	24
Figura 6. Curva de calibración para un analito.....	24
Figura 7. Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo	30
Figura 8. Diagrama de balance de materia para la extracción de una sola etapa.....	31
Figura 9. Solución gráfica de lixiviación en una sola etapa.	32
Figura 10. Interconexión de etapa simple para una lixiviación en corriente cruzada.....	33
Figura 11. Conexión de múltiples etapas para una lixiviación en contracorriente.	34
Figura 12. Aparato típico de lecho fijo para la lixiviación de azúcar de remolacha.	37
Figura 13. Tanques de lixiviación por lotes con agitación.	37
Figura 14. Agitador de Dorr (Dorr-Oliver, Inc.).....	38
Figura 15. Arreglo esquemático del Rotocel	39
Figura 16. Extractor de Kennedy.....	40
Figura 17. Equipo para lixiviación con lecho móvil.....	40
Figura 18. Reaccion química con solución alcalina.	44
Figura 19. Cultivo de achiote incito.....	49
Figura 20. Ubicación geográfica de la semilla de achiote	49
Figura 21. Tamiz de diferentes mallas.....	59
Figura 22. Semilla de achiote	60

Figura 23. medida de vernier	61
Figura 24. Volumen aparente.....	62
Figura 25. Densidad neta real	63
Figura 26. Humedad de la semilla	63
Figura 27. Muestra de ceniza.....	64
Figura 28. Extraccion Soxhlet	65
Figura 29. Determinacion de proteína	66
Figura 30. Extracción de fibra	67
Figura 31. Extracción de colorante	69
Figura 32. Cantidad de masa retenida en función a la abertura de malla.	75
Figura 33. Representación simbólica de la semilla de achiote	76
Figura 34. Curva espectral de longitud onda para norbixina ($\lambda = 482\text{nm}$).....	78
Figura 35. Curva estándar de absorbancia para la norbixina.....	79
Figura 36. Rendimiento de extracción en función del tipo de solvente.....	80
Figura 37. Rendimiento de extracción en función de la concentración de NaOH.....	82
Figura 38. Rendimiento de extracción en función del tiempo de contacto con agitación	83
Figura 39. Rendimiento de extracción en función de la velocidad de agitación	84
Figura 40. Rendimiento de extracción en función a la cantidad de disolvente	85
Figura 41. Rendimiento de extracción en función de la temperatura	87
Figura 42. Esquema de lixiviación en corriente cruzada en cinco etapas.....	88
Figura 43. Esquema para balance de materia de primera etapa.....	89
Figura 44. Esquema de solución retenida no constante.....	93
Figura 45. Grafica de lixiviación x_j vs x_{Dj} para determinar composición.....	96

Figura 46.Diagrama de flujo, para la cuantificación de norbixina de la propuesta tecnológica 102

Figura 47.Tanque de lixiviacion para 100 kg/lote 105

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Clasificación botánica del achiote	12
Tabla 2. Composición química de la semilla de achiote.....	15
Tabla 3. Composición física de la semilla de achiote	15
Tabla 4. pigmentos sintéticos autorizados según agencia y medicamentos de estados unidos	16
Tabla 5. Carotenoides que existen en fuente natural	17
Tabla 6. El uso comercial de colorante a base achiote.....	19
Tabla 7. Coeficiente de absortividad ($A_{1cm1\%}$) l complimiento de longitud de onda.....	21
Tabla 8. La selección de materia prima con alto contenido de colorante	52
Tabla 9. Determinación granulométrica a través de tamiz.....	60
Tabla 10. Determinación de medidas de semilla de achiote por vienes	61
Tabla 11. Determinar densidad aparente de achiote	62
Tabla 12. Determinación densidad neta.....	63
Tabla 13. Determinación de humedad en la semilla de achiote	64
Tabla 14. Determinación de contenido de ceniza en la semilla de achiote.....	65
Tabla 15. Determinación de grasa en la semilla de achiote	66
Tabla 16. Determinación de proteína en la semilla de achiote	67
Tabla 17. Determinación de fibra en la semilla de achiote	68
Tabla 18. Determinar la curva estándar de absorbancia norbixina.	68
Tabla 19. Rendimiento de extraccion de colorante según el tipo de solvente	70
Tabla 20. Rendimiento de extraccion de colorante según la concentración	70
Tabla 21. Rendimiento de extraccion de colorante según el tiempo de contacto	71
Tabla 22. Rendimiento de extraccion de colorante según la velocidad de agitación.....	72

Tabla 23. Rendimiento de extracción de colorante según la relación de sólido solvente.....	72
Tabla 24. Rendimiento de extracción de colorante según la temperatura.	73
Tabla 25. Caracterización física de semillas de achiote.....	76
Tabla 26. Composición química de la semilla de achiote.....	77
Tabla 27. Datos de extracto para diferentes etapas de extracción	90
Tabla 28. Datos de refinado para diferentes etapas de extracción.....	91
Tabla 29. Datos de mezcla y fracción de solubles	92
Tabla 30. Porcentaje acumulado de la extracción múltiple experimental.....	92
Tabla 31. Datos de balance materia teórico en solución retenida no constante.....	94
Tabla 32. Datos para determinar el corriente de residuo.....	95
Tabla 33. Datos de mezcla y fracción de soluble.....	96
Tabla 34. Resultados de la gráfica composición de extracto y refinado.....	97
Tabla 35. Datos de extracto y residuo calculado teóricamente.....	98
Tabla 36. Porcentaje de acumulación de la extracción múltiple.....	98
Tabla 37. Porcentaje de error en la extracción múltiple experimental.....	99
Tabla 38. Características básicas de los equipos principales para 100 kg/lote de producción ...	111

LISTA DE ANEXO

Anexo 1. Matriz de consistencia.....	119
Anexo 2. Fórmula para determinación de norbixina y bixina	120
Anexo 3. Caracterización física de la semilla de achiote	122
Anexo 4. Caracterización química de la semilla de achiote	125
Anexo 5. Determinación de la norbixina.....	131
Anexo 6. Obtención de norbixina concentrado en polvo	132
Anexo 7. Evaluación del espectro de absorbancia.....	133
Anexo 8. Curva estándar de absorbancia para la norbixina.....	134
Anexo 9. Cálculos de lixiviación de tres etapas a nivel planta piloto	135
Anexo 10. Cálculo de equipos principales a nivel planta piloto.....	137
Anexo 11. Gráfico de número de potencia vs Número Reynolds	141
Anexo 12. Propiedades de agua a diferentes temperaturas.....	142
Anexo 13. Galería de fotos	143

CAPITULO I

GENERALIDADES

1.1 PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La región de Ayacucho, especialmente en el VRAEM, se registra la producción potencial de 580 ton de achiote, con un registro de 765 ha, con un rendimiento medio de 760 kg/ha, comercializados a un precio relativamente bajo de S/ 2.30 por kg de semillas (Torres, 2015).

En la extracción de la norbixina de a partir de la semilla de achiote, no cuenta con parámetros óptimos definidos, motivo por la cual se realiza el presente trabajo de investigación, que permitirá generar una tecnología propia y versátil, que se pueda adaptar a nuestra realidad, con resultados que aportarían y servirían para que las empresas de la región puedan adoptar y procesar este tipo de productos, mejorando sus condiciones de producción tanto en el eje tecnológico y económico.

La bixina y norbixina es una fuente del colorante natural, cuyo procesamiento agroindustrial no tiene mayores aportes al valor agregado en la comercialización y transformación de las semillas de achiote, que debería aportar con el respectivo valor agregado al desarrollo socio económico de la región.

1.1.1 Descripción del contexto

Los colorantes sintéticos o artificiales han provocado daños en la salud humana, ya que se han registrado casos de alergias y demás problemas en la salud humana, siendo muchos de ellos proclives a inducir la formación de tumores cancerosos, esto ha provocado que la Agencia de Medicamentos y Alimentos (FDA) de los Estados Unidos así como la Organización Mundial de la Salud (OMS) prohíban utilizar colorantes sintéticos en alimentos, cosméticos y medicina, por ser perjudiciales en la salud (Agreda, 2009)

Para el rubro de los colorantes aplicados en la industria alimentaria, de acuerdo al informe mercantil **"The Global Market for Good Colours"** publicado por Leatherhead Food Research en agosto de 2010, el mercado global de colorantes alimenticios obtuvo un valor aproximado de unos US\$ 1,45 billones; actualmente se consumen entre 40 a 50 mil toneladas de colorantes alimenticios mundialmente, y aunque las condiciones económicas actuales han limitado el crecimiento anual del mercado, el informe predice que a mediados de la década el valor del mercado mundial aumentará a US\$ 1,6 billones, con un crecimiento de 10 % del valor actual.

El crecimiento futuro del mercado provendrá de los colores naturales y de alimentos que sirven como colorante; en un contexto donde los alimentos constituyen el 67 % del mercado mundial de colorantes alimenticios; seguido por las bebidas gasificadas que con el 28 % y las bebidas alcohólicas con 5 %.

Europa domina el mercado global con 36 % del mercado, seguido por el mercado estadounidense (28 %), Japón (10 %) y China (8 %), el 18 % restante proviene de países desarrollados como Canadá y Australia y de nuevos mercados alimenticios como los de India y Brasil.

El colorante natural más importante que exporta el Perú es el carmín de cochinilla, con más del 90 % del mercado mundial. Según las proyecciones del 2015, a final de año se espera exportar alrededor de US\$ 100.00 millones, mientras que para el 2016 se espera llegar a los US\$ 150.00 millones. Por otro lado, del maíz morado se extrae la antocianina, que además de ser un colorante natural, se ha demostrado que es un supresor de células cancerígenas, y ayuda a controlar la presión. Otros colorantes naturales que se producen en el país son el achiote, marigold, cúrcuma, maíz morado y paprika; tal que, de enero a setiembre de 2015 se ha logrado exportar el equivalente en valor de US\$ 17.3 millones en estos productos.

Para el caso del achiote, ADEX está desarrollando un convenio con el Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA), para buscar el mejoramiento de su semilla junto con la del palillo. Se estima la producción nacional de achiote alrededor de las 7,5 mil toneladas para el año 2013, con un crecimiento anual significativo respecto a años anteriores; de las cuales, se atribuye una producción de cerca de 580 ton de achiote al VRAEM, con un registro de 765 ha, con un rendimiento medio de 760 kg/ha, comercializados a un precio relativamente bajo de S/ 2.30 por kg de semillas (Torres, 2015).

sin mayores reportes técnicos de procesamiento y extracción del colorante natural del achiote, describiéndose como partidas arancelarias en las exportaciones el achiote y semillas de achiote en grandes proporciones, seguidas por el achiote en polvo, con destinos a Estados Unidos, Japón, Egipto, Reino Unido y México entre otros países.

1.1.2 Delimitación del problema

El problema general de los colorantes es a nivel mundial, entre los cuales los aspectos tecnológicos y del procesamiento extractivo de los principios colorantes contenidos en las semillas de achiote son también de contexto generalizado, Sin embargo, la problemática a formularse con respecto a la extracción del colorante de achiote, se delimita en función a las características de la materia prima, al entorno geográfico de su procedencia, así como los aspectos técnicos y logísticos de la zona de estudio para la presente investigación.

a) Delimitación en la investigación

Está delimitado a la operación unitaria de extracción sólido líquido o lixiviación aplicada a las semillas de achiote y la evaluación de sus parámetros.

b) Delimitación del tipo de materia prima

Está referida a la variedad del achiote producido en el VRAEM de la región Ayacucho, cuyo entorno será el ambiente social que debería percibir el impacto favorable y sostenible con el aporte de la investigación en la extracción del colorante de las semillas de achiote.

c) Delimitación espacial

Se ratifica la materia prima suministrada por el VRAEM y las condiciones técnicas y operativas de la ciudad de Ayacucho, donde se realiza de manera controlada los diversos ensayos, que no tienen mayor restricción significativa en los resultados evaluados

Finalmente pueden ser extendidos a cualquier región en las que se desea aplicar la técnica de extracción del colorante de achiote complementado con los análisis espectrofotométricos asociados a la evaluación de colorantes naturales, que inclusive podrá ser útil a muchas otras investigaciones referidas a extracción de colorantes a partir de otras fuentes naturales, que permitan desarrollar las innovaciones tecnológicas y de ingeniería que tanto requiere nuestra región y nuestro país.

1.1.3 Formulación del problema

Como una respuesta a la importancia del colorante natural contenido en las semillas de achiote que son la bixina y noxbixina, cuya materia prima se produce en nuestra región, considerado como un producto agroindustrial con gran potencialidad económico, que se exporta mayormente como semilla sin un mayor valor agregado y frente a las incertidumbres en la caracterización y los parámetros de extracción favorables del colorante en los procesos de transformación se establece y formula el problema del presente trabajo de investigación.

Problema principal

- ¿Cuáles son los parámetros que influyen significativamente en la extracción del colorante de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) procedente de centro poblado de Villa Unión?

Problemas secundarios

- ¿Cuáles son las características fisicoquímicas de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) que influyen en la extracción del colorante por lixiviación?
- ¿Cuáles son los parámetros de mayor importancia que influyen extracción (tipo de solvente, concentración del solvente, tiempo de contacto, grado de agitación, relación semilla - solvente, temperatura)
- ¿Cuál es la formulación del proceso de extracción eficiente del colorante natural a partir del achiote?

1.2 OBJETIVOS

Objetivo principal

- Evaluar los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (*Bixa orellana L.*) para la producción eficiente del colorante natural.

Objetivos específicos

- Caracterizar las semillas de achiote (*Bixa orellana L.*) para los fines de la extracción por lixiviación.
- Determinar los parámetros a evaluar en la extracción (tipo de solvente, concentración del solvente, tiempo de contacto, grado de agitación, relación semilla solvente, temperatura de extracción).
- Formular el proceso de extracción eficiente del colorante natural a partir del achiote.

1.3 JUSTIFICACIÓN E IMPORTANCIA

No existe información sobre industrias establecidas en la región Ayacucho para la extracción y producción del colorante de achiote; de manera tradicional y a baja escala existe la pretensión de extracción del colorante, frente a la cual se justifica establecer un proceso definido para la producción eficiente del colorante de achiote, para cuyo efecto es indispensable evaluar los parámetros apropiados para mejorar las condiciones de extracción del colorante con su máximo rendimiento.

La mayor importancia es otorgar un mayor valor agregado a este recurso natural dentro de nuestra región, fomentando y potenciando la transformación de la materia prima, como son las semillas de achiote en la producción del colorante concentrado en polvo, que implica en la reducción de unas 12 a 15 veces el volumen original de las semillas para la movilización comercial y reducción de costos de exportación.

Con la importancia de la aplicación de los colorantes naturales de achiote concentrado en diversos mercados, especialmente en la industria farmacéutica y de suplementos dietéticos, así como en la industria de cosméticos y alimentos; lo que significará para el país el ingreso de divisas, creando nuevas oportunidades de trabajo.

En resumen, generar ingresos económicos para la región de Ayacucho, así como del VRAEM, con el incremento consecuente de las industrias y empresas de transformación agroindustrial que impliquen desarrollo social, económico y tecnológico sostenibles.

1.4 ANTECEDENTES

Sobre el tema de colorantes naturales existen investigaciones realizadas, de las cuales algunas están vinculadas con el achiote, tal como se describen a continuación:

Antecedente internacional

Reyes Z. (2015), *Estudio de la extracción y evaluación del colorante natural de achiote (Bixa orellana L.) como sustituto del colorante e-102 amarillo No. 5 (tartracina) en la elaboración de un yogurt*. Tesis de la Universidad de San Carlos de Guatemala; en cuyo

trabajo el colorante fue extraído de las semillas de la planta de achiote del municipio de San Miguel Tucurú, del departamento de Alta Verapaz. Se realizó la extracción del colorante de achiote utilizando como solventes: agua, solución acuosa de KOH al 1, 2 y 3 % a escala de laboratorio para determinar el solvente que producía mayor rendimiento de extracción. A nivel planta piloto se realizó la extracción del colorante natural, utilizando como solvente el que brindó mayor porcentaje de bixina extraído. Se aplicó el colorante natural de achiote extraído, a muestras de yogurt natural y el colorante de tartracina a otras muestras. Se comprobó que el yogurt que contiene colorante natural de achiote cumple con los requerimientos de un producto alimenticio, por medio de un análisis microbiológico que se llevó a cabo en el laboratorio LAFYM. Se realizaron pruebas de evaluación sensorial orientadas al consumidor, on el objeto de establecer si el consumidor percibe la diferencia entre el color del yogurt en el que se utilizó el colorante de achiote y el yogurt en el que se utilizó tartracina. Se confirmó que la bixina es el principio activo del colorante de achiote, responsable de su color característico. Finalmente, se logró establecer que el consumidor percibe una diferencia significativa entre el color, al utilizar el colorante natural de achiote y el colorante amarillo en un yogurt, con un 95 por ciento de confiabilidad.

Antecedente nacional

Huerta et al (2014), *Estudio de pre factibilidad de una empresa productora y comercializadora de bixina dirigido al mercado de Japón*. Tesis de la Pontificia Universidad Católica del Perú. En el Cap 1 formula los objetivos estratégicos: ser una alternativa confiable y segura para cubrir la demanda de colorantes en la industria de Japón, lograr diferenciación en el mercado japonés de otros colorantes ofreciendo una alternativa natural y con beneficios para la salud. Realiza el análisis estratégico de la propuesta, donde se concluye que tanto a nivel político, económico, social, cultural y tecnológico la situación es propicia para la implementación del proyecto debido a los acuerdos comerciales entre Perú y Japón, la buena situación económica de ambos países, el apoyo del gobierno peruano al sector agrícola y a las nuevas tecnologías. En el Cap 2 se realiza el estudio de la oferta y la demanda de colorantes naturales, con el fin de hallar la demanda del proyecto, se determinó una participación del 0,1 % de este mercado para los primeros 2 años. Luego, durante los siguientes 3 años, se aumentará a 0,15 %. Finalmente, para los 4 últimos años se captará el

0,2 % del mercado, formulando que se tendrían 3 líneas de productos: sacos de 10 kg para el sector industrial; y frascos de 90 g y sachets de 30 g para el consumidor.

En el Cap 3 se realiza el estudio técnico para determinar la locación ideal para la instalación de la planta, tamaño, distribución, capacidad, cantidad de maquinaria y operarios, estableciendo la cantidad de materia prima e insumos requeridos. En el Cap 4 desarrolla el estudio legal del proyecto para determinar los trámites necesarios para la constitución de la empresa y los requisitos para exportar a Japón. En el Cap 5 realiza el análisis organizacional de la empresa, en la que se define los principales puestos y funciones de los trabajadores.

Antecedente local

Medina L. (2015) *Determinación de parámetros óptimos en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado (Zea mays l.) de la variedad INIA 615 – negro Canaán*. Perú, Tesis de la Facultad de Ingeniería Química – UNSCH; cuyo objetivo general es determinar los parámetros óptimos de operación de la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615- Negro Canaán a nivel de laboratorio en un proceso batch. Se estudió el efecto de los factores que influyen en la operación de lixiviación de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado que permita lograr la mayor eficiencia de extracción de los solutos.

Los componentes fundamentales de la coronta de maíz morado son la composición porcentual de soluto que es 10,68 % en peso; disolvente 10,39 % en peso y el porcentual de insolubles 78,93 % en peso. Los parámetros determinados para la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615- Negro Canaán en medio acuoso son: diámetro medio global es 4,5434 mm, velocidad de agitación 300 RPM, temperatura del disolvente 79,05 °C, tiempo de contacto entre las fases sólido - líquido de 6,24 minutos y la relación de disolvente - alimentación (D/F) de 8,4181. El rendimiento experimental de la extracción de los sólidos solubles de la coronta de maíz morado de la variedad INIA 615- Negro Canaán 44,5311 %.

1.5 HIPÓTESIS

General

- La evaluación apropiada de los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (*Bixa orellana L.*) permitirá la producción eficiente del colorante natural.

Específicos

- La caracterización apropiada de las semillas de achiote (*Bixa orellana L.*) garantizaría una mayor eficiencia en la extracción del colorante por lixiviación.
- Los parámetros de mayor importancia conocida (tipo de solvente, concentración de solvente, tiempo de contacto, grado de agitación, relación semilla solvente, temperatura), se podrá lograr máxima eficiencia en la extracción de la norbixina.
- La definición de proceso de extracción de la norbixina con las condiciones óptimas, nos facilita uso y aplicación de la técnica definida en el escalamiento a nivel planta piloto.

1.6 VARIABLES

Dado que el trabajo de investigación se establece la denominación de la *Evaluación de los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (Bixa orellana L.)*, a partir de ella se identifica la variable independiente (causa) y la variable dependiente (efecto) de la investigación:

Variable Independiente

X = SEMILLAS DE ACHIOTE (*Bixa orellana L.*)

Indicadores

X₁ = Características de la semilla.

X₂ = Contenido de colorante.

X₃ = Calidad de semilla.

Variable Dependiente

Y = EXTRACCIÓN DE COLORANTE

Indicadores

Y_1 = Factores de la operación unitaria de lixiviación

Y_2 = Equilibrio sólido líquido

Y_3 = Eficiencia de extracción del colorante natural

Preliminarmente se evalúa y establece la variedad y la calidad de la materia prima procedente del VRAEM; luego los estudios de los parámetros se realizan de manera controlada a nivel de laboratorio, sin mayores interferencias en los resultados.

CAPITULO II

FUNDAMENTO TEORICO

2.1 El ACHIOTE (*Bixa orellana* L.)

2.1.1 Origen y distribución

Es un arbusto, nativo de las zonas tropicales de América y se desarrolla principalmente en climas tropicales y subtropicales. Se cree que el lugar de origen del achiote es la cuenca amazónica, porque se encontraron especies del mismo género en este lugar. (Reyes, 2015)

La planta es nativa de América Tropical, pero es conocido su cultivo en muchos otros países. Los principales productores comerciales son: Bolivia, Brasil, Ceylán, Costa Rica, República Dominicana, Ecuador, Guayana, India, Jamaica, México y Perú. (Mora, 2014)

El Perú ofrece condiciones ecológicas óptimas para su cultivo en la costa, valles interandinos y en la selva. En la costa: en huertos familiares desde Tumbes hasta Moquegua. En la ceja de Selva: Tingo María, Sapito, Apurímac, Cusco, Ayacucho, Pasco y Cajamarca, también en huertos pequeños incluso en Selva baja.

A nivel mundial se cultiva en Kenia, India, Ecuador, Brasil, República Dominicana, Colombia, Bolivia, Belice, Costa de Marfil, Costa Rica, Guatemala, Guyana, Haití, Jamaica, México, Sri Lanka, Surinam, Angola, Nigeria, Tanzania, Filipinas, Hawái. (Fernandez, 2015).

2.1.2 Nombres comunes

También recibe el nombre de bija, achiote, rucu, onoto, annato, abujo, achuete, acosi, acote, anoto, bicha, biza, caituco, onotillo, piatu y bixo, entre otros. Tiene una gran capacidad de adaptabilidad y es resistente a las sequías. (Reyes, 2015).

2.1.3 Taxonomía

Es la clasificación botánica de la semilla de achiote de acuerdo al estudio de realizado en germoplasma de achiote (*Bixa orellana* L.) en la amazonia peruana.se puede observar en la tabla 1.

Tabla 1. Clasificación botánica del achiote

División	Spermatophyta
Subdivisión	Angiospermae
Clase	Dicotiledoneae
Subclase	Dialipetala
Orden	Guttiferales
Familia	Bixaceae
Género	Bixa
Especies	Bixa orellana L.
Nombre común	Achiote.

Fuente: Gonzales, (1992)

2.1.4 Variedades del achiote

a) Achiote colorado

Plantas de flores blancas y semillas de color oscuro o bermellón. Mayor rendimiento, alto contenido de colorante; cápsulas indehiscentes, uniformidad en la maduración, mayor rusticidad y rápido crecimiento. (Fernández, 2015).

b) Achiote amarillo

Planta de flores rosadas, semillas de color rojo claro Amarillento. Presentan menor rendimiento, son dehiscentes, poseen buen contenido de colorante, pero tienen menor rusticidad. (Fernández, 2015).

c) Achiote negro

El tallo, hojas y frutos son de color más oscuro que los anteriores, además de contener bajo porcentaje de materia colorante. (Fernández, 2015).

2.1.5 Descripción botánica

El achiote (*Bixa orellana* L.) es un arbusto o árbol pequeño, cuyas ramas se inician aproximadamente a un metro del suelo y puede crecer hasta 5 ó 6 metros, dependiendo de las características ecológicas de la región; tiene un rápido desarrollo. Su aspecto es robusto, muy frondoso y de copa redonda. (Huarco, 2012).

a) Raíz

Presenta una raíz principal pivotante que puede penetrar a profundidad si el suelo es apropiado. Son además leñosas, cilíndricas y ramificadas.

b) Tallo

Es redondo, de corteza ligeramente fisurada y numerosas lenticelas y puede presentar hasta 20 o 30 cm de diámetro en la base.

c) Hojas

Son grandes, cordiformes, color verde pardo con algunas vetas rojizas. Son alternas, sencillas, de borde liso y ápice acuminado, con un peciolo de 4 a 6 cm de largo.

d) Flores

Son hermafroditas, muy vistosas, son blancas o rosadas. Se agrupan en panículas 567 terminales al final al final de las ramas.

e) Frutos

Se presenta en cápsula de dos valvas hemisféricas, ovoide, elipsoidal o cónica. Cubierta de espinas; presentan dehiscencia dorsal, color pardo rojizo o amarillo verdoso.

f) Semillas

Contiene de 30 a 45 semillas de 3 a 4 mm de largo en forma obcónica o pirámides, cubiertas por una delgada capa, y por su contenido de bixina es de color rojo o anaranjado y constituye la sustancia tintórea.

2.1.6 Ecología de cultivo de achiote

Las zonas que mejor desarrollo agrícola tiene son de climas cálidos y húmedos.

Altitud: 0 - 1200 m.s.n.m

Temperatura: 24 – 30 °C

Precipitación: 1800 mm/año

pH: 4.5 - 5.2

Suelos: Areno a arcillosos de origen aluvial (Huarco, 2012)

2.1.7 Características fisicoquímicas

a) Características químicas

Referida a la composición química de la semilla es menciona según Fernández en la tabla 2.

Tabla 2.*Composición química de la semilla de achiote*

Análisis	Base húmeda	Base seca
Humedad	9,30 %	-----
Proteína	16,15 %	17,80 %
Ceniza	5,05 %	5,56 %
Grasa	3,39 %	3,73 %
Carbohidratos	66,11 %	72,82 %
Fibra cruda	9,19 %	101,13 %
Calcio	0,39 %	0,42 %
Fosforo	0,43 %	0,47 %
Hierro	104,97 ppm	11,73 ppm
Potasio	1,42 %	1,56 %
Zinc	76,07 ppm	83,37 ppm
Magnesio	0,3 %	0,36 %

Fuente: Fernández, (2015).

b) Características físicas

Referido a este ítem según Fernández menciona que deben de contemplarse lo que a continuación se menciona en la tabla 3.

Tabla 3.*Composición física de la semilla de achiote*

Apariencia	Granos pequeños de forma triangular – ovoide y pulposa
Color	Anaranjado rojizo
Longitud	Semilla de achiote de 3.5 a 5 mm de longitud
Impureza	Ninguna impureza

Fuente: Fernández, (2015).

2.2 COLORANTES

Los colorantes son sustancias de color intenso que pueden usarse para producir un alto grado de coloración cuando se dispersan en otros materiales; pueden ser de origen natural y artificial, (Molina , 2017).

La variedad de colorantes naturales que pueden ser; orgánicos e inorgánicos obtenidos de fuentes vegetales, animales y minerales. en la actual tendencia de colorantes naturales parecen adquirir cada vez más popularidad, debido a su inocuidad, especialmente en productos alimenticios, farmacéuticos, cosméticos y artesanales, (Molina , 2017)

2.2.1 Los pigmentos sintéticos

El uso de estos pigmentos se requiere una certificación debido a la preocupación por la seguridad en la salud, se han estudiado exhaustivamente con respecto a su efecto sobre la salud, ante lo cual se les ha atribuido daños en el comportamiento conductual de los niños

Su utilización ha ido decreciendo en algunos países de Europa, además que actualmente se aceptan 9 pigmentos sintéticos, con severas restricciones en su uso. (Molina , 2017), desarrollada en la tabla 4.

Tabla 4. *pigmentos sintéticos autorizados según agencia y medicamentos de estados unidos*

Tartracina	Autorización por más de 60 países,
Amarillo anaranjado S.	Utilizado en bebidas no alcohólicas, reposterías.
Azorrubina	Empleada especialmente en confiterías
Rojo ponceau	Se emplea en productos cárnicos, reposterías
Negroo brillante	Se emplea solamente en Europa
Amarillo de quinoleina	Se utiliza en todo tipo de industria alimenticia
Eritrosina	Al contenido en yodo,
Indigotina	Autorizado en todo el mundo
Azul V	Utilizado en industria alimenticia

Fuente: Molina, (2017).

2.2.2 Los pigmentos naturales

Son generados por microorganismos, vegetales, animales o minerales es decir aquellos obtenidos de fuentes presentes en la naturaleza, usados para impartir color a algunos productos. Son sujetos a la misma prueba de calidad y seguridad toxicológica que los sintéticos, pero la FDA y otras agencias gubernamentales no requieren que se certifique su pureza química y por tanto se refiere a estos como aditivos de color no certificados.

Entre los colorantes de naturaleza orgánica hay varios grupos químicos, de los cuales hare referencia a los carotenoides ya que están presentes en la (*Bixa orellana L.*) (Molina , 2017).

a) Carotenoides

Los carotenoides son un grupo numeroso de pigmentos muy difundidos en el reino vegetal y animal, producen colores que van desde el amarillo hasta el rojo intenso.

Se han identificado en la naturaleza más de 600 de estos compuestos, y se estima que anualmente se sintetiza 100.000 toneladas de carotenoides de fuentes naturales' Estos pigmentos son esenciales para que las plantas realicen la fotosíntesis ya que actúan como captadores de la luz solar. (Molina , 2017), se detalla en la tabla 5.

Tabla 5. *Carotenoides que existen en fuente natural*

Frutas y verduras	Jitomates, zanahoria, piñas y cítricos
Flores	Cempasúchil y girasol
Semillas	Achiote
	Plumaje de flamencos, canarios
	Musculo de peces como trucha , salmón
Animales	Crustáceos como camarón, langosta y cangrejo
	Bacterias como corynebactrium poinsettiae
Hojas	Cuando la clorofila desaparece (durante el invierno)

Fuente: Molina, (2017).

2.2.3 Colorante de achiote

a) La bixina

Es la parte de la semilla de achiote que presenta coloración, la cual es un carotenoide de color anaranjado, cuya fórmula es: cis-bixina (9-cis-6,6- diapocaroteno-6,6 dioato), detalles de estructura química de bixina en la figura 1.

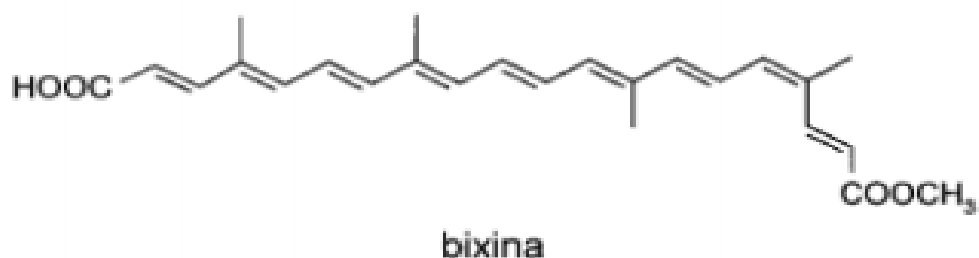


Figura 1. Estructura química de la bixina.
Fuente: Vázquez, (2005).

b) Norbixina

Es uno de los principios activo de la semilla es la bixina sometiendo a la solución acuosa de NaOH se convierte en norbixina, la cual es de color rojo, detalla de estructura química de la norbixina en la figura 2.

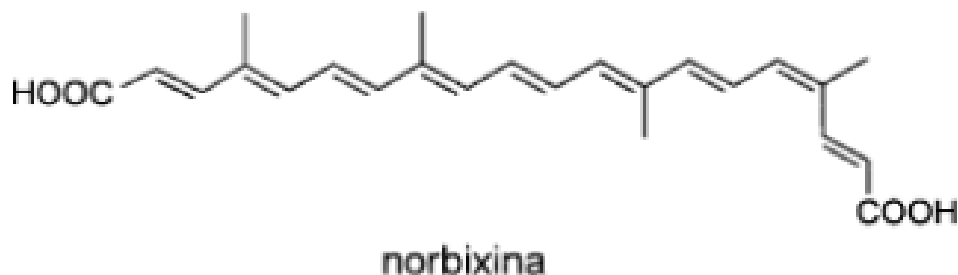


Figura 2. Estructura química de la norbixina.
Fuente: Vázquez, (2005).

Sus propiedades tintóreas se atribuyen a sus constituyentes carotenoides, de los cuales la bixina constituye de 70 a 80 % de la masa de pigmentos totales mientras la norbixina en un 20 % 30 %, para obtener el colorante se utilizan sistemas de extracción sólido-líquido. (García, 2010)

2.2.4 Importancia comercial de colorante a base de la bixina

Las dos líneas de producción son una orientada al sector industrial y otra para el uso doméstico. (Huerta, 2014), se desarrolla en la tabla 6.

Tabla 6.*El uso comercial de colorante a base achiote*

Sector	Uso
Domestico	Colorar y sazonar alimentos caseros
Industrias alimentarias	Colorante para quesos, manteca y diversos productos
	Colorante para embutidos
	Colorante para pescado procesado
	Colorante para snacks, cereales y dulces
	Provee color a fideo y demás condimentos
	Usado para colorear bebidas y sopas
Industria farmacéutica	Colorante para pomadas
	Colorante para esmaltes
	Aceite para cabello
Industria en general	Colorante en ceras para pisos
	Colorante en jabones
	En carpintería (laca, barnices, tintes para madera)

Fuente: Huerta, (2014).

2.2.5 Análisis de pigmento de bixina y norbixina

a) Espectrofotometría

La espectrofotometría es uno de los métodos de análisis más usados, y se basa en la relación que existe entre la absorción de luz por parte de un compuesto y su concentración. Cuando se hace incidir luz monocromática (de una sola longitud de onda) sobre un medio homogéneo, una parte de la luz incidente es absorbida por el medio y otra transmitida, como consecuencia de la intensidad del rayo de luz sea atenuada desde P_0 a P , siendo P_0 la intensidad de la luz incidente y P la intensidad del rayo de luz transmitido.

Dependiendo del compuesto y el tipo de absorción a medir, la muestra puede estar en fase líquida, sólida o gaseosa. En las regiones visibles y ultravioleta del espectro electromagnético, la muestra es generalmente disuelta para formar una solución, citado por (Martinez, 2015).

En espectrofotometría, los carotenoides normalmente muestran tres picos de absorción máxima. Estos picos son numerados I, II y III, partiendo de la más baja longitud de onda en dirección al más alto. (Ibrahim, 2007), observar con mayor detalle en la figura 3.

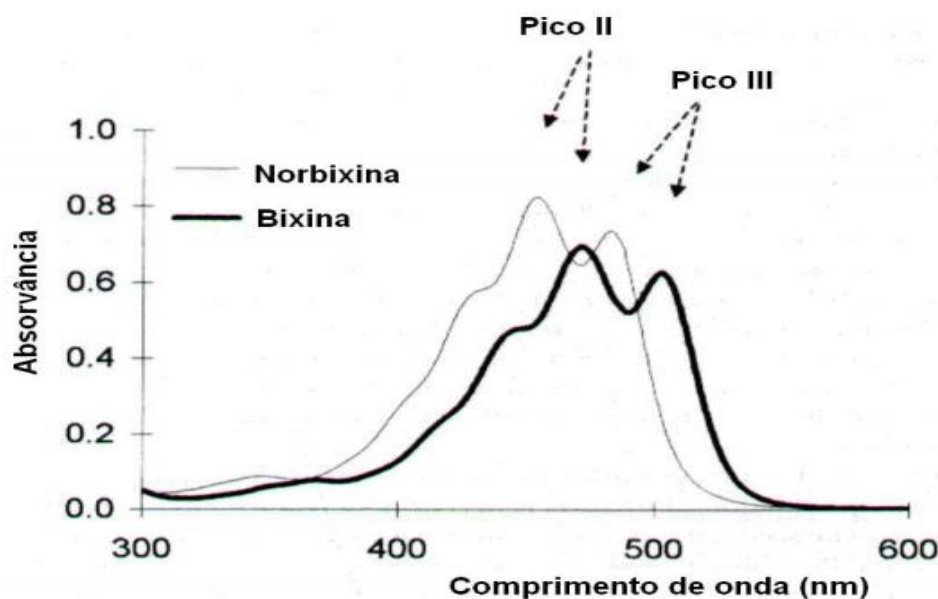


Figura 3. Curvas espectrofotométricas de bixina y norbixina
Fuente: Ibrahim, (2007).

Las medidas de la absorbancia en los picos II o III se utilizan para la determinación cuantitativa de la bixana y de la norbixina, a pesar del pico III ser generalmente el preferido, debido al hecho de que, en esta longitud de onda; hay menos interferencia de la posible sujeción de productos descompuesto amarillo que se superponen en la curva espectral, lo que podría requerir la aplicación de un factor de corrección. (Ibrahim, 2007)), Para mayor información en la tabla 7.

Tabla 7. *Coeficiente de absortividad ($A_{1cm}^{1\%}$) l complimiento de longitud de onda máxima de absorbancia de norbixina en diferentes solventes.*

Composición	Comprimento de onda de absorción máxima(nm)	Solvente	($A_{1cm}^{1\%}$)	Referencia
Cis - Norbixina	453	KOH 0,1N	2850	REITH e GIELEN, (1971)
			2818	SCOTTER et al. (1994)
			3473	LEVY e RIVADENEIRA, (2000)
		NaOH 0,1N	2850	RODRIGUEZ AMAYA, (1988)
	468	cloroformo	2470	RODRIGUEZ AMAYA, (1988)
	473	Cloroformo + 0,5 % ac.acetico	2620	REITH e GIELEN (1971) SMITH (1988)
	482	NaOH 0,1N	2550	RODRIGUEZ AMAYA, (1988)
		KOH 0,1N	2550	REITH e GIELEN (1971) SMITH (1983)
			2503	SCOTTER et al (1994)
			2870	LEVY E RIVADENEIRA (2000)
		KOH 0,5 %	2870	CHRISTIAN HANSEN (2000)

Fuente: Ibrahim, (2007).

b) Ley de Lambert

Esta ley establece que cuando pasa luz monocromática por un medio homogéneo, la disminución de la intensidad del haz de luz incidente es proporcional al espesor del medio, Lo que equivale a decir que la intensidad de la luz transmitida disminuye exponencialmente al aumentar aritméticamente el espesor del medio absorbente, observar en la figura 4.

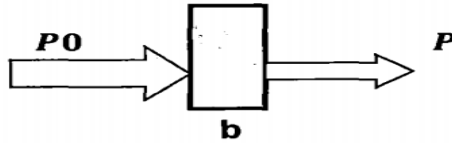


Figura 4. Ley de Lambert
Fuente: Martínez, (2015).

$$\frac{P}{P_0} = e^{-kb} \quad (1)$$

Donde:

- P_0 Intensidad de la luz incidente
- P Intensidad de la luz transmitida
- b Espesor del medio absorbente
- k Constante, cuyo valor depende de la naturaleza del soluto, de la longitud de onda de la luz incidente, del espesor del medio absorbente y de la naturaleza del medio.

Ambas leyes se combinan en una sola, generando la Ley de Lambert – Beer

$$\frac{\log P_0}{P} = abc \quad (2)$$

$$A = abc \quad (3)$$

$$A = \log_{10} \frac{P_0}{P} = -\log T \quad (4)$$

Donde:

- a Asertividad
- b Longitud o espesor del medio (longitud de la cubeta)
- c Concentración de la solución
- T Transmitancia.

Transmitancia (T)

Es la razón entre la luz monocromática transmitida (P) por una muestra y la energía o luz incidente (Po) sobre ella. Tanto la energía radiante incidente como la transmitida deben ser medidas a la misma longitud de onda.

$$T = \frac{P}{PO} = 10^{-abC} \quad (5)$$

Absorbancia (A)

Se define como la cantidad de energía radiante absorbida por una sustancia pura o en solución.

$$A = a * b * c \quad (6)$$

Según ecuación indica que la absorbancia es una función lineal de la concentración, donde a es una constante de proporcionalidad llamada absortividad. La magnitud de a depender de las unidades de b y c. Si la concentración C está expresada en moles por litro y la longitud de la cubeta b en centímetros, la constante a recibe el nombre de absortividad molar (ϵ). Luego:

$$A = \epsilon * b * c \quad (7)$$

2.2.6 Selección de longitud de onda de trabajo

La longitud de onda del trabajo corresponde, generalmente, a la longitud de onda en la cual la absorbancia del analito (sustancia a analizar) es máxima (A_{max}). Para seleccionar el A_{max} , se hace un espectro de absorción o curva espectral, y que consiste en una gráfica de la absorbancia de una solución de la sustancia absorbente de concentración adecuada,

medida a distintas longitudes de onda y en ella se determina el $A_{\max}$. (Martínez, 2015), observar en la figura.5

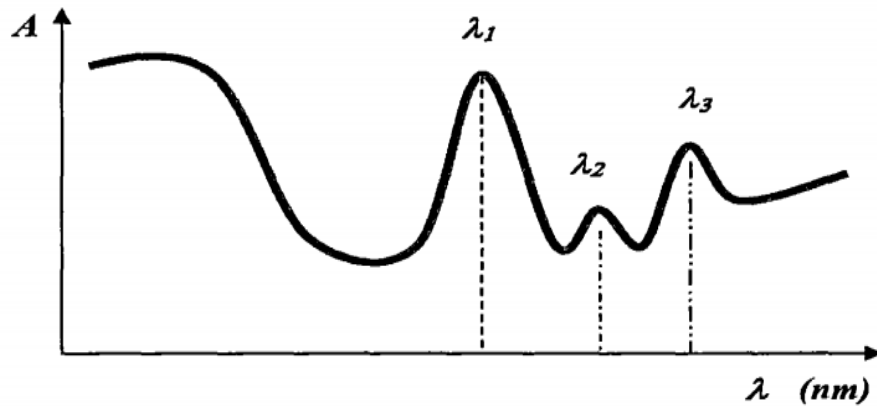


Figura 5. Curva espectral (en este ejemplo $\lambda_{\max.} = \lambda_1$)

Fuente: Martínez, (2015).

2.2.7 Curva de calibración

Uno de los métodos más utilizados para determinar la concentración de una muestra problema, es el método de la curva de calibración, es una gráfica que relaciona la concentración de al menos cinco soluciones de estándar de concentraciones conocidas, con la absorbancia de cada uno de ellos determinados a la longitud de onda máxima. (Martínez, 2015), observar en la figura 6.

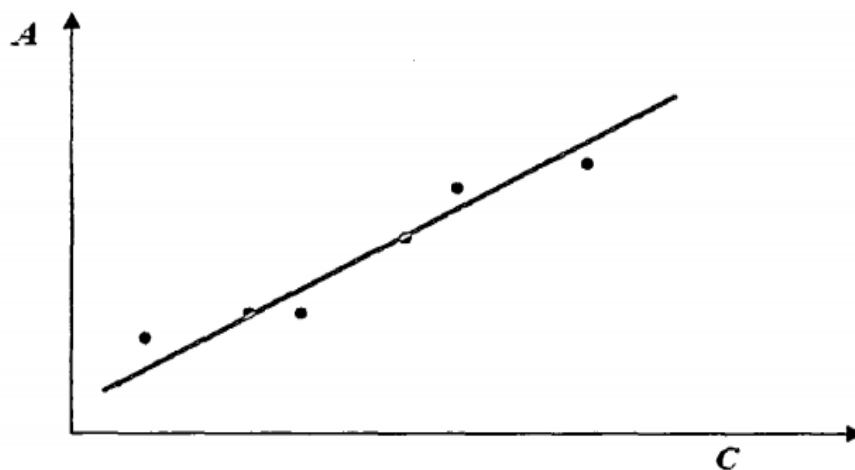


Figura 6. Curva de calibración para un analito.

Fuente: Martínez, (2015).

Una vez obtenida la gráfica se determina la función matemática que presenta dicha recta a través del tratamiento estadístico de regresión de los mínimos cuadrados, la cual relaciona la absorbancia y la concentración de un analito. La siguiente ecuación matemática corresponde a dicha función:

$$A = mC + n \quad (8)$$

Donde:

- A** Absorbancia.
- n** Intercepto de la recta
- m** Pendiente de la recta y que corresponde al producto entre la absortividad a de la muestra y el espesor b de la cubeta.

2.3 OPERACIÓN DE LIXIVIACIÓN

2.3.1 Fundamento de lixiviación

La lixiviación es una operación de separación de los componentes solubles presentes en una fase o matriz sólida utilizando como agente de separación un solvente líquido específico, que actúa bajo ciertas condiciones en los equipos denominados lixivadores.(Arias, 2011).

La lixiviación es extracción sólido-líquido; sin embargo, existen algunas denominaciones alternativas que califican a la lixiviación, que en esencia representan a la misma operación, pero que por sus usos y costumbres han adquirido calificaciones particulares, como son: Infusión, percolación, elución, decocción, remojado, macerado, lavado. (Arias, 2011).

2.3.2 Componentes identificados de lixiviación

Los componentes representativos son:

- A** Sólidos solubles.
- I** Insolubles que algunos denominan inertes (con respecto al proceso extractivo).
- D** Solvente líquido (opcional, de acuerdo al solvente utilizado).

En la lixiviación, el solvente actúa sobre el grupo de los sólidos solubles, solubilizándolos y provocando su extracción. Los componentes de la matriz sólida (A, I y en ocasiones D) se encuentran distribuidos e interconectados bajo una estructura compleja,

Los materiales sólidos destinados a la lixiviación podrán ser:

- Recursos naturales: estructuras vegetales (semillas, tallos, hojas, etc) y animales (insectos, hígados, etc.)
- Materiales inorgánicos: minerales, sales, etc
- Materiales de procesos intermedios
- Precipitados
- Cristales

El solvente utilizado para la lixiviación está normalmente conformado por el disolvente líquido D, pudiendo en los casos de recirculación contener pequeñas cantidades de soluto A. Sin embargo, el extracto líquido obtenido al final de la lixiviación es un sistema binario, formado por el soluto y el disolvente: A + D; en ocasiones, cuando no existe una buena separación mecánica sólido líquido, podrá percibirse el arrastre de sólidos finos, que da lugar a la presencia de insolubles: I, en el extracto.

2.3.3 Criterios en la elección del solvente

Para la extracción con disolventes líquidos es de suma importancia tomar los criterios adecuados con respecto a la elección del solvente apropiado para dicha separación, ya sean en las operaciones de lixiviación, así como en las operaciones de extracción líquida; se pueden indicar dos criterios fundamentales. (Arias, 2011).

- **Solubilidad**

Indica la capacidad de solubilización y consecuente concentración que alcanzarían los solubles en el solvente utilizado; a mayor solubilidad se tiene mayor capacidad de extracción por unidad de solvente utilizado, luego es importante elegir un solvente que presente alta solubilidad hacia el soluto o material de interés que desea extraerse.

- **Selectividad**

Revela el grado de solubilidad selectiva o preferencial que tiene el disolvente líquido hacia un determinado soluto de interés durante la extracción; es recomendable elegir aquel solvente que permita extraer solamente el soluto deseado, sin que se extraiga otros compuestos no deseados en acción paralela. Sin embargo, complementariamente se debe tener en cuenta otros criterios adicionales en la elección del solvente líquido.

- Volatilidad
- Toxicidad
- Inflamabilidad
- Reactividad química
- Viscosidad
- Tensión superficial
- Capacidad difusional
- Recuperabilidad
- Inmiscibilidad (para el caso de extracción líquida)
- Diferencia de densidades (para la decantación en extracción líquida)
- Costos

2.3.4 Aplicación en la industria

La lixiviación es una de las operaciones más extendidas en el área de la extracción de minerales, manipulación de productos biológicos, alimentarios y farmacéuticos. Se reconocen, de manera específica las siguientes aplicaciones:

- Extracción de la sacarosa a partir de la caña de azúcar y remolacha
- Extracción de edulcorantes
- Extracción de aceites esenciales
- Industria de aceites de origen animal y vegetal
- Extracción de colorantes naturales
- Extracción de alcaloides
- Extracción de principios activos y productos farmacéuticos
- Extracción de perfumes y sustancias odoríficas

2.3.5 Factores que influyen en la lixiviación

La lixiviación está influenciada por un conjunto de factores vinculados a la naturaleza de los materiales que concurren a la extracción sólido líquido y las condiciones bajo las cuales se conducen la extracción.

Como factores vinculados a la naturaleza de los materiales destacan las propiedades y características del solvente líquido elegido para la lixiviación (solubilidad, selectividad, pH, acción sinérgica en el caso de mezcla de solventes, etc.), también influye la naturaleza del material sólido sometido a lixiviación (porosidad, permeabilidad, estructura y distribución del soluble en la matriz sólida, interacción química, difusividad, transporte intrapartícula, etc., (Arias, 2011).

A continuación se mencionan principales factores vinculados a las condiciones operativas que influyen en la lixiviación.

a) Granulometría

El tamaño de partícula es determinante para realizar una buena extracción de la materia sólida, puesto que en algunos casos no es necesario realizar desintegración mecánica ya que el material a extraer está en el epispermo como es el caso de esta investigación. Pero en la gran mayoría de los casos de extracción sólido-líquido es necesario reducir de tamaño. (Arias, 2011).

b) Temperatura

En el proceso de extracción este factor juega un rol muy importante ya que a mayor temperatura aumenta la solubilidad y el transporte difusional de los materiales extraíbles hacia el solvente líquido. Pero este aumento también puede ser perjudicial para algunos componentes volátiles presentes en el material a extraer. La temperatura de la extracción se debe determinar correctamente de tal manera que se mejore la difusividad del soluto y disolvente dando sensibilidad al producto. (Arias, 2011).

c) Agitación

El grado de agitación conferida al sistema de extracción sólido líquido define la hidrodinámica del medio de lixiviación, tal que a mayor turbulencia de la mezcla sólido líquida se promueve la suspensión y se facilita la extracción de los solubles debido a la difusión convectiva desarrollada hacia el medio líquido, muy a pesar de que este no influya en la resistencia difusiva limitante al interior de la partícula. (Arias, 2011).

d) pH

Es otra de las variables que afectan en gran medida a la solubilidad del soluto. Una selección adecuada de PH permite obtener una elevada solubilidad del soluto a extraer, al mismo tiempo que evita la disolución de componentes no deseados. (Arones , 2007).

e) Tipo de solvente

El solvente ideal es el agua (bajo costo, no tóxica, no inflamable, no corrosiva), sin embargo, no siempre tiene una capacidad de extracción adecuada. El solvente empleado debe tener el mayor coeficiente de transferencia de masa posible. (Arones , 2007).

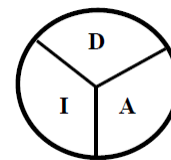
2.3.6 Componentes y diagrama de lixiviación

Dado que se han identificado los componentes fundamentales que intervienen en la lixiviación, que son la interacción permanente de tres grupos de componentes:

A: Sólidos solubles (solute)

I: Insolubles (con respecto al solvente utilizado)

D: Disolvente líquido



Fase sólida: x

$$\rightarrow x = x_A$$

Fracción másica de soluto.

$$x_D$$

Fracción másica de disolvente

$$x_I = 1 - (x + x_D)$$

Fracción másica de insolubles

Fase líquida: y

$$\rightarrow y = y_A$$

Fracción másica de soluto

$$y_D = (1 - y_D)$$

Fracción másica de disolvente

Se considera que la fase líquida, por decir el extracto obtenido de la lixiviación, está formada por el soluto y el disolvente; vale decir que, luego de un buen sistema de separación de sólidos, no existe arrastre de partículas finas en el extracto.

Existen diversas opciones de representación gráfica y evaluación de los sistemas ternarios aplicados para la lixiviación, observar en la figura 7.

- Triángulo equilátero
- Triángulo rectángulo
- Coordenadas rectangulares

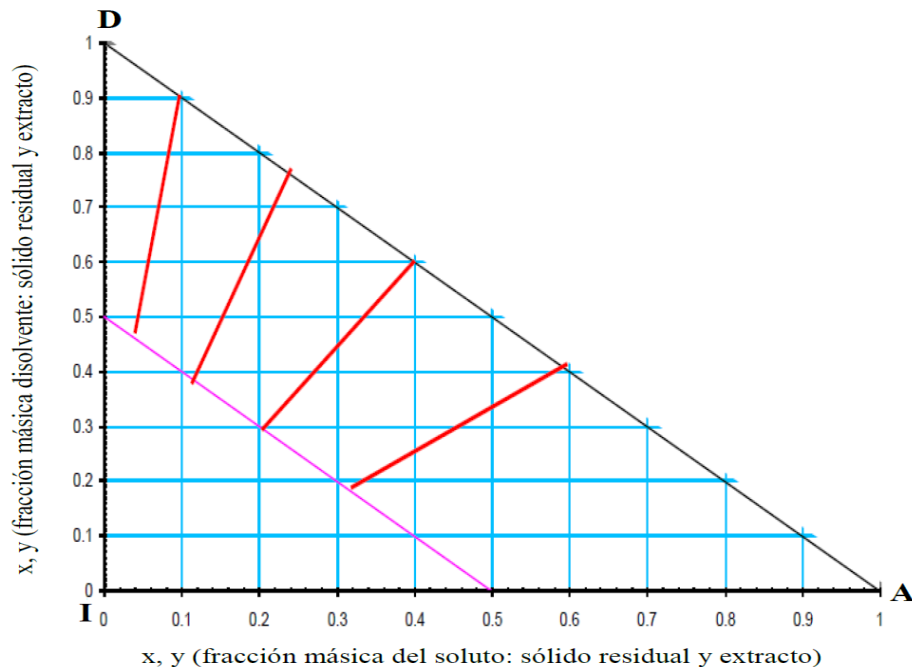


Figura 7.Diagrama de lixiviación tipo triángulo rectángulo

Fuente: Medina, (2015).

a) Lixiviación en etapa simple

Una unidad o etapa de lixiviación simple se entiende a través del siguiente esquema de operación integrada, que puede trabajar en forma batch (por cargas) o a régimen pseudo continuo (estacionario). (Arones , 2007), observar en la figura 8.

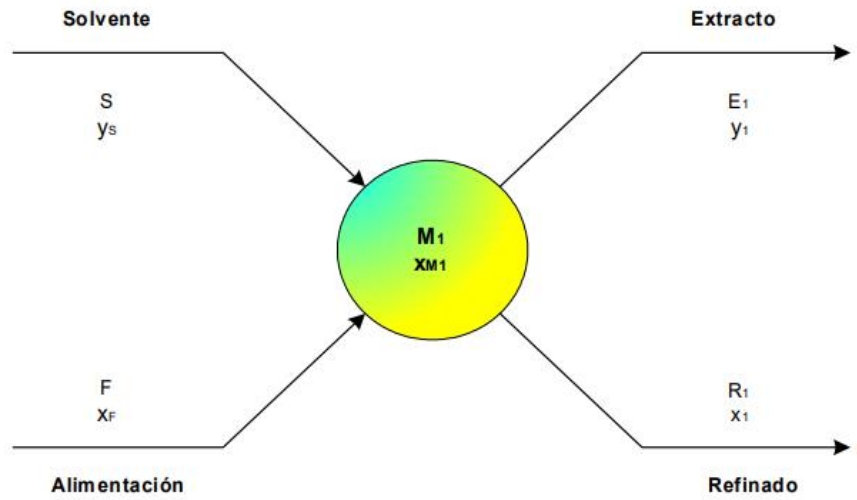


Figura 8.Diagrama de balance de materia para la extracción de una sola etapa.
Fuente: Arones , (2007).

Según realizando el balance de materia en una unidad de lixiviación en etapa simple:

$$\text{Global} \quad F + S = M_1 = E_1 + R_1 \quad (9)$$

$$\text{Soluble (A)} \quad F X_F + S y_S = M_1 X_{M1} = E_1 y_1 + R_1 x_1 \quad (10)$$

$$\text{Disolvente (D):} \quad F X_{DF} + S(1 - y_S) = M_1 X_{DM1} = E_1(1 - y_1) + R_1 X_{D1} \quad (11)$$

La concentración de la mezcla M_1 es:

$$X_{M1} = \frac{F X_F + S y_S}{M_1} = \frac{F X_F + S y_S}{F + S} \quad (12)$$

Los flujos del extracto y refinado se calculan con las siguientes expresiones:

$$E_1 = M_1 \left[\frac{X_{M1} - X_1}{y_1 - X_1} \right] \quad (13)$$

$$R_1 = M_1 - E_1 = M_1 \left[\frac{y_1 - X_{M1}}{y_1 - X_1} \right] \quad (14)$$

La representación gráfica se muestra en la figura 9.

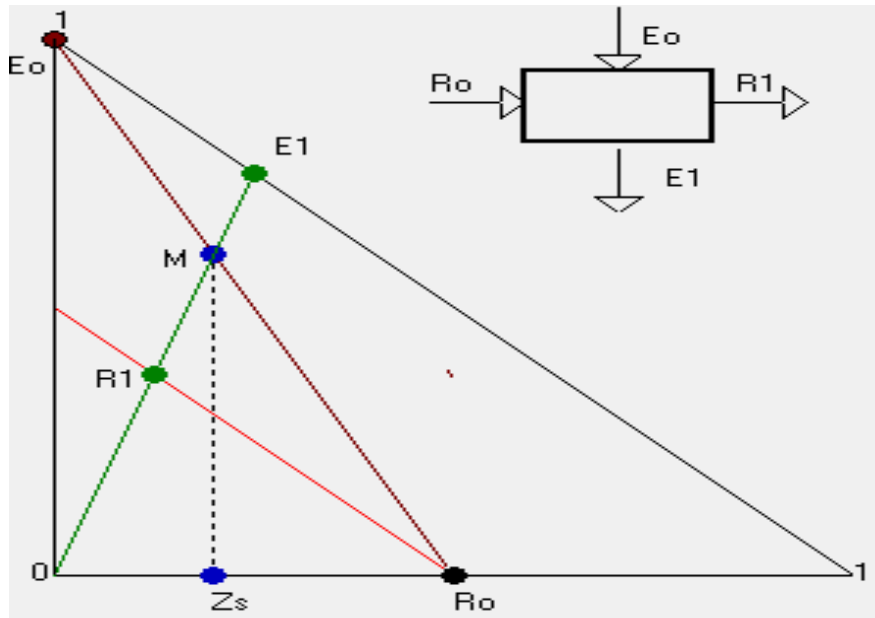


Figura 9. Solución gráfica de lixiviación en una sola etapa.
Fuente: Arones , (2007)

El porcentaje de recuperación o extracción, es la relación entre los sólidos solubles extraídos a partir del material sólido durante la lixiviación en etapa simple con respecto a los solubles totales contenidos inicialmente en dicho material, expresado en forma porcentual. (Arones , 2007).

$$\%_{\text{rec}} = \left(\frac{F_{X_F} - R_1 X_1}{F_{X_F}} \right) * 100 = \left(\frac{E_1 y_1 - S y_s}{F_{X_F}} \right) * 100 \quad (15)$$

b) Cálculos en la lixiviación en corriente cruzada

La lixiviación en corriente cruzada consiste en utilizar reiteradamente solvente líquido fresco en cada etapa de extracción o unidad, a manera de lavado sucesivo, hasta alcanzar algún grado de extracción, recuperación o eliminación de solubles a partir del sólido procesado, según sea el caso tratado en la figura 10.

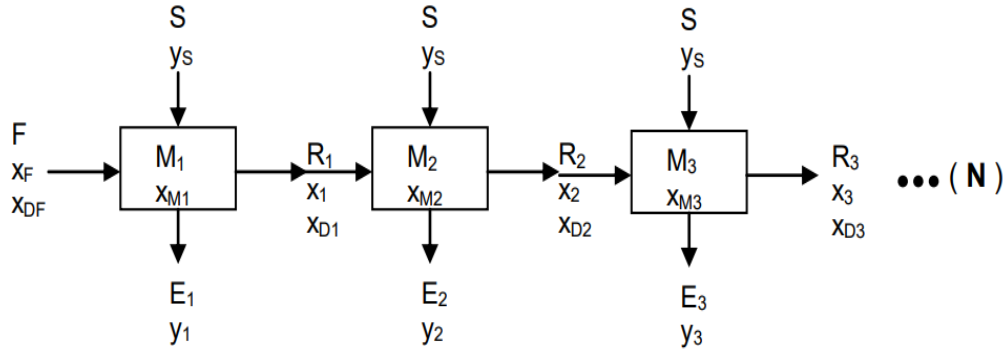


Figura 10. Interconexión de etapa simple para una lixiviación en corriente cruzada
Fuente: Arias, (2011).

Balance de materia para la etapa N:

$$\text{Global} \quad R_{N-1} + S_N = M_N = E_N + R_N \quad (16)$$

$$\text{Solubles (A)} \quad R_{N-1}X_{N-1} + S_N y_{SN} = M_N X_{MN} = E_N Y_N + R_N X_N \quad (17)$$

$$\text{Disolvente (D)} \quad R_{N-1}X_{DN-1} + S_N(1 - y_{SN}) = M_N X_{DMN} = E_N(1 - Y_N) + R_N X_{DN} \quad (18)$$

Los flujos del extracto y refinado se calculan con las siguientes expresiones:

$$X_{MN} = \frac{R_{N-1}X_{N-1} + S_N y_{SN}}{R_{N-1} - S_N} \quad (19)$$

$$E_N = M_N \left[\frac{X_{MN} - X_N}{y_N - X_N} \right] \quad (20)$$

$$R_N = M_N - E_N \quad (21)$$

El porcentaje de recuperación en toda la batería de extractores

$$\%_{\text{rec}} = \left(\frac{F_{X_F} - R_N X_N}{F_{X_F}} \right) * 100 = \left(\frac{E_i y_i - S_i y_s}{F_{X_F}} \right) * 100 \quad (22)$$

c) Lixiviación en contracorriente

La lixiviación de múltiples etapas en contracorriente se consigue utilizando una interconexión de etapas simples de tal manera que la corriente sólida circule en dirección opuesta a la corriente líquida (solvente), provocando un agotamiento progresivo de los solubles en la fase sólida, debido a la transferencia de estos hacia la corriente líquida y su concentración, interprete en la figura 11.

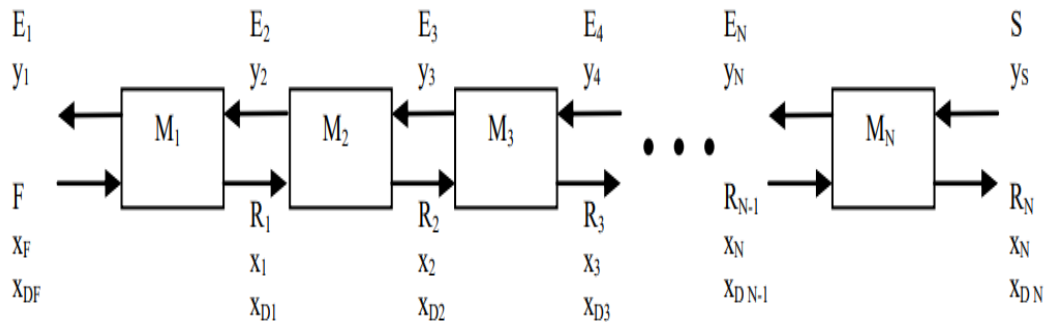


Figura 11. Conexión de múltiples etapas para una lixiviación en contracorriente.
Fuente: Arias, (2011).

Balance de materia para lixiviación contracorriente:

$$F + S = E_1 + R_N \quad (23)$$

$$F_{X_F} + S y_S = E_1 Y_1 + R_N X_N \quad (24)$$

$$F_{X_{DF}} + S(1-y_S) = E_1 (1-Y_1) + R_N X_N \quad (25)$$

El porcentaje de recuperación desarrollado en la batería de extractores es:

$$\%_{rec} = \left(\frac{F_{X_F} - R_N X_N}{F_{X_F}} \right) * 100 = \left(\frac{E_1 y_1 - S y_S}{F_{X_F}} \right) * 100 \quad (26)$$

2.4 EQUIPOS DE EXTRACCIÓN PARA COLORANTE

La operación de lixiviación presenta una gran diversidad de equipos de extracción sólido líquido, que obedecen a diversos criterios de operación, capacidad de procesamiento, características del solvente, costos, entre otros factores:

Los equipos de lixiviación se pueden clasificar teniendo en cuenta su régimen operativo, la temperatura de operación, el tipo de contacto sólido líquido, etc. Estas diferentes formas se presentan a continuación. (Arias, 2011).

De acuerdo al régimen operativo

- Batch o por etapas (unidades o tanques de lixiviación)
- Semicontinuo (percolación a través de lechos sólidos)
- Continuo (de múltiples etapas o diferencial continuo)

De acuerdo a la temperatura de lixiviación

- Ambiental
- Caliente
- Ebullición

De acuerdo a la disposición de las partículas sólidas con respecto al solvente líquido

- Sólidos dispuestos en lecho fijo
- Sólidos en dispersión/fluidización (con agitadores)
- Sólidos en desplazamiento diferencial continuo (tornillos, bandas, etc.)

De acuerdo al tipo de contacto sólido líquido

- Contacto de etapa simple
- Contacto de múltiples etapas en corriente cruzada
- Contacto de múltiples etapas en contracorriente
- Contacto diferencial continuo

De acuerdo a la interacción química de los solubles con el solvente

- Lixiviación con solubilización física pura
- Lixiviación con reacción química con el solvente

2.4.1 Operación en estado no estacionario.

Las operaciones en estado no estacionario incluyen aquellas en que los sólidos y los líquidos se ponen en contacto únicamente en forma de lotes y también aquellas en que un lote del sólido se pone en contacto con una corriente que fluye continuamente del líquido (método por semilotes).

Las partículas sólidas gruesas generalmente se tratan en lechos fijos mediante métodos de percolación, mientras que los sólidos finamente divididos, que pueden mantenerse más fácilmente en suspensión, pueden dispersarse en todo el líquido con la ayuda de algún tipo de agitador. (Arones , 2007).

a) Lixiviación en tanques de percolación.

Estos equipos de tipo Bach y se utilizan para la extracción de azúcar de remolacha, en la extracción de taninos de cortezas, extracción del café soluble, extracción de productos farmacéuticos, etc. En la siguiente figura se muestra el extractor o difusor típico para azúcar de remolacha, a las que se llama cossettes, observar en la figura. 12

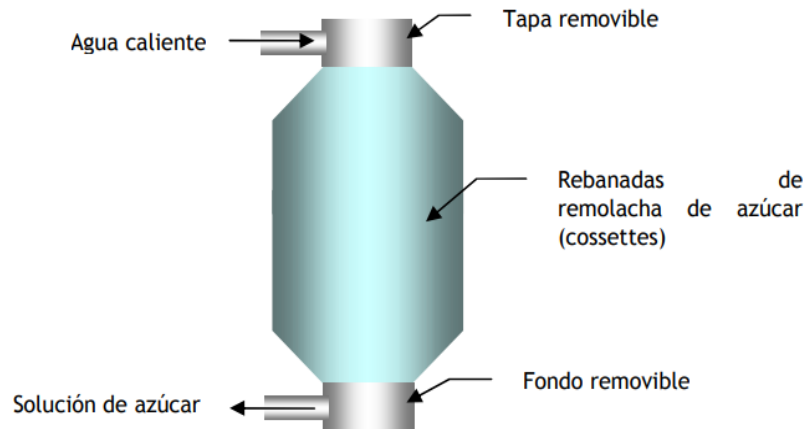


Figura 12. Aparato típico de lecho fijo para la lixiviación de azúcar de remolacha.
Fuente: Arones , (2007).

b) Lixiviación en tanques con agitación

Los sólidos que forman lechos impermeables, bien antes o durante la lixiviación, se tratan dispersándolos mediante agitación mecánica en un tanque o mezclador de flujo. El residuo lixiviado se separa después de la disolución concentrada por sedimentación o filtración. De esta forma se pueden lixiviar pequeñas cantidades de material por cargas en un tanque agitado, con una salida en el fondo para retirar el residuo sedimentado, observar en la figura 13.

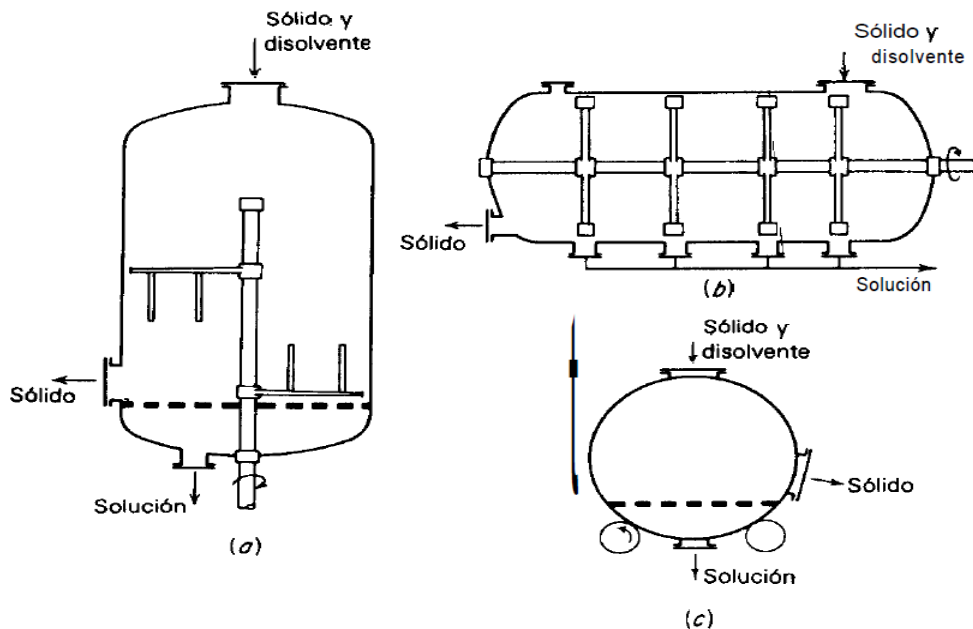


Figura 13. Tanques de lixiviación por lotes con agitación.
Fuente: Medina, (2015).

2.4.2 Operación en estado estacionario

La alimentación al extractor del sólido y de solvente se realiza de manera continua. El equipo para las operaciones en estado estacionario continuo puede clasificarse en dos grandes categorías principales: operado por etapas o en contacto continuo.

Algunas veces, el equipo por etapas puede montarse en unidades múltiples, para producir efectos de varias etapas; el equipo de contacto continuo puede proporcionar el equivalente a muchas etapas en un único aparato. (Arones , 2007).

a) Lixiviación en tanques con agitación

Los sólidos finamente molidos que son fáciles de suspender en líquidos por medio de la agitación, pueden lixiviarse continuamente en cualquiera de los muchos tipos de tanques con agitación. Éstos pueden utilizarse para el flujo continuo del líquido y del sólido en y fuera del tanque y deben diseñarse con cuidado para que no haya acumulación del sólido. Debido al mezclado completo que se obtiene de ordinario, estos aparatos funcionan en una sola etapa; además, el líquido y el sólido tienden a alcanzar el equilibrio en el tanque de la figura 14.

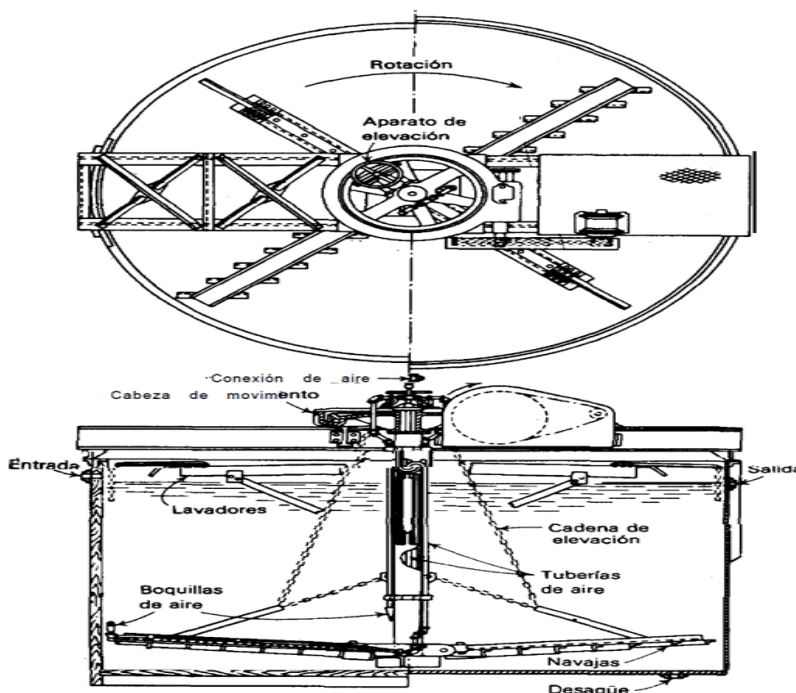


Figura 14. Agitador de Dorr (Dorr-Oliver, Inc.).
Fuente: Medina, (2015).

b) Lixiviación con el equipo Rotocel

Las semillas de algodón, soya, semillas de lino, cacahuates, salvado, ricino y muchos otros productos similares, con frecuencia sufren la acción de lixiviación, o extracción, con disolventes orgánicos que separan los aceites vegetales que contienen. Las semillas generalmente deben prepararse en forma especial para obtener la mejor lixiviación; esto puede emitir el descascarar, precocinar, el ajuste del contenido de humedad (agua) y el prensado o formación de hojuelas, observar en la figura 15.

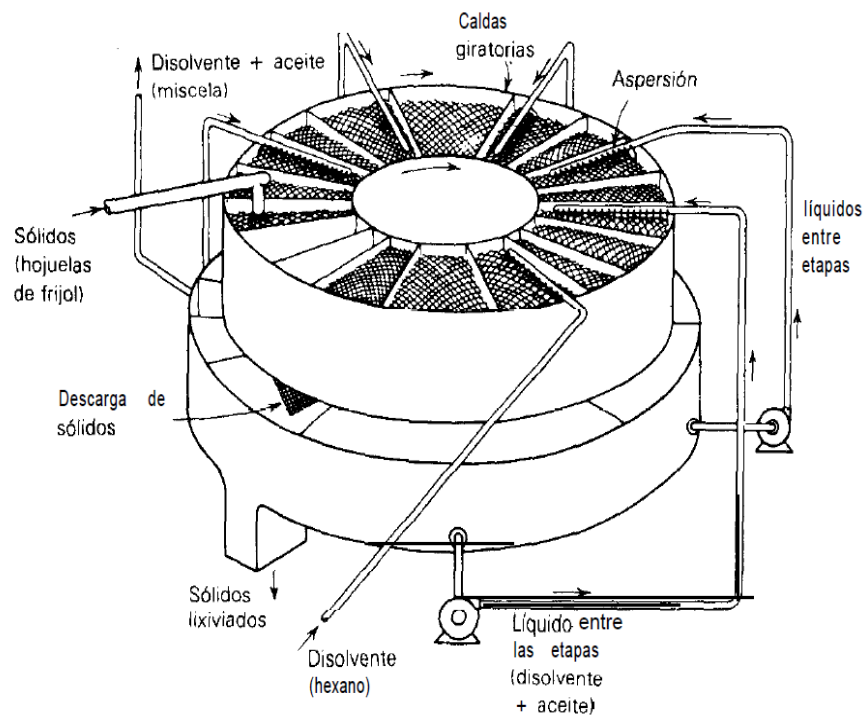


Figura 15.Arreglo esquemático del Rotocel
Fuente: Arones , (2007).

c) Lixiviación con el equipo de Kennedy

Ahora se utiliza para las operaciones de lixiviación de los aceites de semillas y otras operaciones de lixiviación química. Los sólidos se lixivian en una serie de tinajas y se empujan de una a otra mediante unos remos para formar una cascada, mientras que el disolvente fluye a contracorriente. Unas perforaciones en los remos permiten el drenado de los sólidos entre etapas; los sólidos se desprenden de cada remo (por raspado), tal como se

muestra. una cascada se pueden colocar tantas tinas como sea necesario, observe en la figura 16.

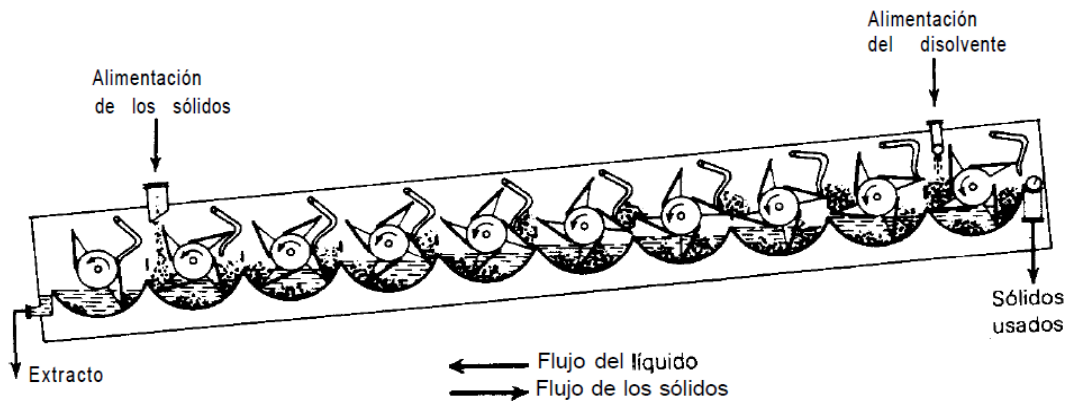


Figura 16.Extractor de Kennedy.
Fuente: Medina, (2015).

d) Lixiviación con el equipo de Hildebrandt

El extractor de Hildebrandt consiste en tres transportadores de tornillos sin fin en forma de U. Los tornillos sin fin giran a una velocidad diferente, con el fin comprimir adecuadamente los sólidos en la sección horizontal, los sólidos se cargan en la parte superior derecha, se transportan hacia abajo, a través de la zona inferior, después hacia arriba por el otro ramal. El disolvente fluye a contracorriente. (Arones , 2007), observe en la figura 17.

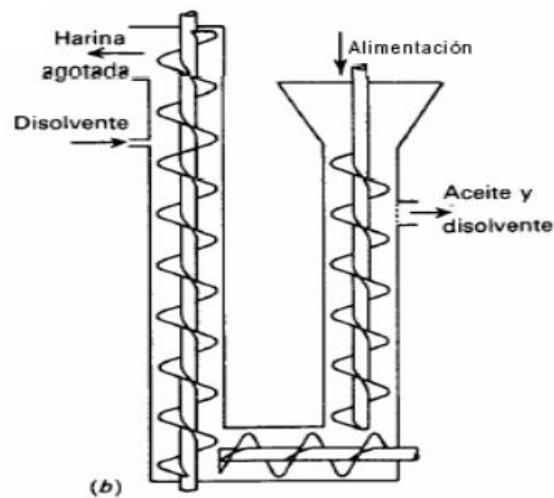


Figura 17.Equipo para lixiviación con lecho móvil
Fuente: Arones , (2007).

2.5 TECNOLOGÍA DE EXTRACCIÓN DE COLORANTE DE ACHIOTE

Los métodos de extracción utilizados para la producción de colorantes de achiote a partir de la semilla, pueden involucrar la producción de bixina a través del hidrolisis acuoso, extracción simultánea de la norbixina.

En escala comercial, tres métodos básicos son usados para extraer del pigmento de la semilla:

- Extracción alcalina, que resulta en la conversión del carotenoide de una forma de éster mono metílico liposoluble a hidrosoluble, o sea, sal de norbixina
- Extracción en aceite, que resulta en la remoción de la bixina de las semillas de pequeñas cantidades de otros materiales coloreados.
- Extracción con disolvente, que resulta en la forma más pura del pigmento bixina.

Extracción de bixina

En materia en que el pigmento mayoritario y la bixina cuantifican se puede hacer utilizando los disolventes acetona, cloroformo, mezcla de cloroformo más ácido acético; ampliamente mencionado en la literatura.

Se determinó la bixina en una muestra de colorantes, utilizando una solución de ácido acético en cloroformo (v / v). La absorbancia de la solución diluida se midió a 505 y 474 nm, y el contenido de bixina se determinó por medio de los coeficientes de absorción ($A_{1\text{cm } 1\%}$) de 2,790 (505 nm) y 3,130 (474 nm), para la determinación de bixina, recomendó la utilización de la solución de cloroformo conteniendo al 4 % de ácido acético. (Ibrahim, 2007)

En la mayoría de los casos, el uso de la acetona para determinar el contenido de pigmento que el valor de la absorbancia en aproximadamente 485 nm, utilizando el coeficiente de absorción ($A_{1\text{cm } 1\%}$) de 3,140, para la determinación de bixina en suspensiones de urucum liposolubles. (Ibrahim, 2007).

Extracción de norbixina

En los productos en los que el pigmento mayoritario de la norbixina, hay dos métodos que se destacan: el método que utiliza mezcla de cloroformo más ácido acético y el método que utiliza solución de hidróxido de potasio.

En la determinación de norbixina de colorantes hidrosolubles, se utilizó una solución de 0,5 % de ácido acético en cloroformo, midiendo la absorbancia a 503 nm y a 473 nm. El contenido de norbixina se determinó por medio de los coeficientes de absorción ($A_{1\text{cm } 1\%}$) de 2,290 (503 nm) y 2,620 (473 nm). Este método fue utilizado con suceso para colorantes de achiote en polvo conteniendo principalmente norbixina. (Ibrahim, 2007).

El contenido de pigmento se medirá la absorbancia en aproximadamente 482 nm, el coeficiente de absorción ($A_{1\text{cm } 1\%}$) para cis-norbixina en KOH a 0,5 % en esta longitud de onda de 2,870 (Ibrahim, 2007).

2.5.1 Extracción en seco de lecho de chorro

Es un método de extracción en seco muy utilizado actualmente, utiliza equipo en el que las semillas de achiote son forzadas por una corriente de aire a través de un tubo en un extracto de lecho de chorro. El impacto de la partícula suelta la capa superficial de la semilla se obtiene la bixina en polvo con buen rendimiento.

Para ello se utilizó una unidad de lecho de chorro para realizar tanto el secado de la semilla como la extracción de bixina por la fricción entre las semillas. Según los autores, la unidad de lecho de chorro fue un equipo eficiente para extraer la bixina, obteniéndose en polvo con partículas finas y bajo contenido de humedad final, lo que son características deseables para la comercialización. El equipo apropiado para procesar tanto el secado de la semilla de achiote como la extracción de la bixina de las semillas a bajo costos operacionales.

2.5.2 Raspado y cribado

Son métodos rudimentarios de obtención de los colorantes de achiote que proporcionan bajo rendimiento, no siendo utilizados a escala industrial. El raspado se puede hacer con

cepillos de nailon, en la superficie externa de las semillas. El cribado proporcionando agitación a las semillas en una criba, de forma que las capas externas de las semillas de achiote se desprendan y se separen, originando una masa de colorante.

Es importante resaltar que el proceso de extracción del colorante de la semilla de achiote es un proceso relativamente fácil. Como la bixina está localizada en el pericarpio (capa externa) de las semillas, no hay necesidad de trituración, lo que favorece la pureza de los concentrados y la separación de los colorantes y de las semillas. (Ibrahim, 2007).

2.5.3 Lixiviación con agua y agitación

Este es el método más antiguo de extracción industrial, por abrasión y suspensión mecánica, que es suministrada por la agitación de la semilla de achiote en agua, que desaloja y separa la capa de pigmento. Se obtiene entonces una suspensión colorante, que puede ser filtrada o centrifugada, y sometida a secado, originando una pasta con un contenido de bixina de cerca del 20 % (Ibrahim, 2007).

Para uso como colorante alimenticio la pasta puede ser disuelta en aceite vegetal, en la preparación de soluciones diluidas de bixina, o puede ser mezclada con álcali en medio acuoso para hidrolizar la bixina y obtener soluciones diluidas de norbixina.

Se trata de un método rápido y de bajo costo, pero el colorante de achiote extraído con agua normalmente presenta gran concentración de impurezas provenientes de las semillas que junto con la bixina son arrastradas. (Ibrahim, 2007).

2.5.4 Extracción con soluciones acuosas alcalinizadas

El proceso más simple y más utilizado comercialmente para la producción de colorantes de achiote es el que utiliza soluciones alcalinas para extraer los pigmentos, considerando el uso del hidróxido de sodio, de potasio, amonio utilizan como el álcali para extracción, disueltas en agua.

El hidrolisis alcalino de la bixina forma el ácido dicarboxílico libre, convirtiendo en sal de norbixina que puede existir en ambas formas cis y trans. Todos estos compuestos tienen valor como colorante para alimentos.

Existen extensiones de pigmentos del achiote utilizando solución de hidróxido de sodio en diferentes concentraciones ya diferentes proporciones de masa de semilla / volumen de solución. Los resultados obtenidos mostraron que la concentración de la base que permitió el más alto rendimiento de extracción fue la de NaOH 0.1N, que posibilitó un contenido de norbixina en los extractos. La acción química de la solución alcalina sobre el pigmento bixina concentrado en el achiote. (Ibrahim, 2007), observar la figura 18.

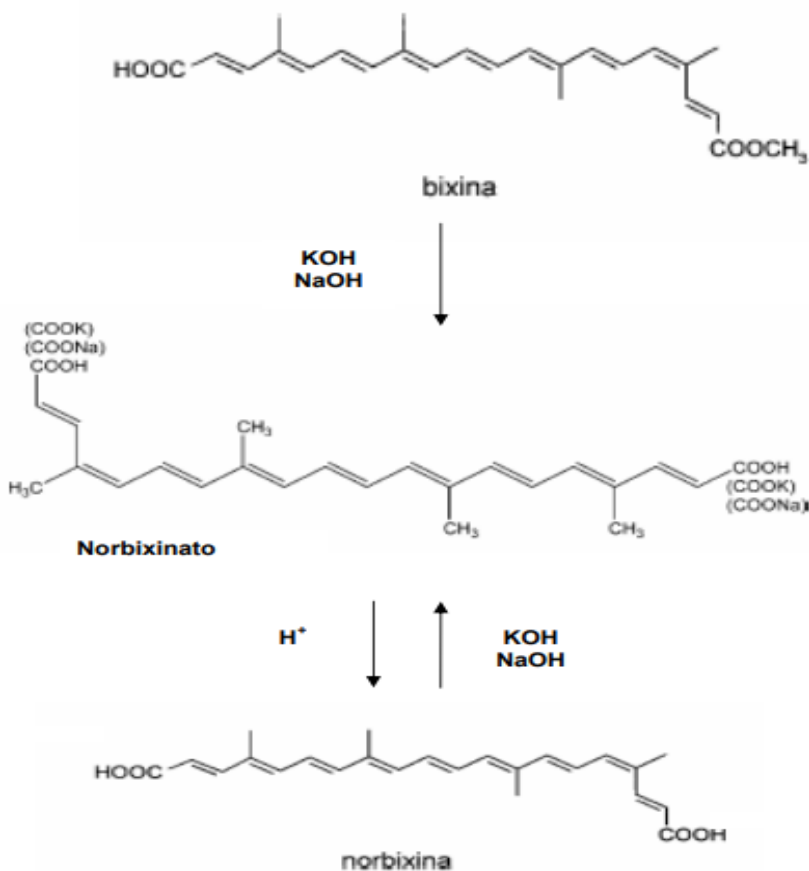


Figura 18. Reacción química con solución alcalina.
Fuente: Ibrahim, (2007).

2.5.5 Extracción con solventes orgánicos

Los disolventes autorizados que deben ser utilizados en la elaboración y procesamiento del colorante son: agua, alcohol etílico, aminados, cloruro de sodio, dextrina, gelatina, glicerol, aceites y grasas comestibles por lo tanto, a pesar de que la extracción de los pigmentos de las semillas de achiote utilizando solventes orgánicos es la más eficiente en términos del contenido de pigmentos extraídos y de la pureza del extracto, al ser utilizada a escala industrial.

Un solvente orgánico utilizado en industrias procesadoras de achiote es el etanol, por la facilidad de su obtención, bajo costo en Brasil, bajo toxicidad, bajo punto de ebullición comparado a otros solventes.

Se estudió la extracción de pigmentos de achiote utilizando las semillas y etanol en la proporción de 1: 2 (p/v), durante dos horas. Los colorantes concentrados producidos presentaron un contenido de bixina de alrededor del 70 al 72 %. También estudiaron la extracción de pigmentos de achiote utilizando etanol como solvente, variando el tiempo de extracción entre quince minutos, treinta minutos y dos horas. En comparación con el tiempo de extracción y agitación del proceso, se verificó un aumento de 1,6 veces en el rendimiento de la extracción de dos horas, que fue del 79,18 % en relación a la extracción de 15 minutos, cuyo rendimiento fue de 41 % (Ibrahim, 2007).

2.5.6 Extracción supercrítica

En el proceso de extracción supercrítica y utilizando un solvente que se encuentra en una condición crítica de temperatura y presión, ocurre un aumento drástico en la solubilidad de ciertos compuestos en este solvente bajo tales condiciones.

Se investigó la viabilidad técnica de la extracción de pigmentos de achiote sin degradación térmica utilizando CO₂ supercrítico bajo varias condiciones extractoras. La técnica utilizada extrajo la bixina de las semillas de achiote sin pre tratamiento de las semillas y bajo condiciones de temperatura moderadas. Se obtuvo elevada pureza de los extractos y alto rendimiento de extracción.

Los procesos de extracción supercrítica se destacan actualmente por la utilización de una tecnología que no deja residuos, por el trabajo con solventes, por el hecho de la modificación de las propiedades de las materias primas y la obtención de productos de alta calidad.

2.5.7 Extracción con aceites

Un sistema de extracción directa y aplicada industrialmente es la inmersión de la semilla en óleo vegetal para producir una solución oleosa de bixina. El filtrado es comercializado como colorante para alimentos con alto contenido de lípidos. El extracto normalmente contiene aproximadamente 1,5 % de bixina, o en algunos casos, suspensiones oleosas con hasta un 8 % de bixina son comercializadas directamente como colorante de achiote oleo-soluble después de la estandarización del color.

Los pigmentos principales obtenidos en este método de extracción es la bixina, a pesar de haber la formación de compuestos de degradación térmica, que tenga como características de liposolubilidad y una coloración amarilla más estable, debido al uso de calor durante el proceso.

El colorante de achiote oleo - solución presenta coloración del amarillo al rojo-naranja. Con el calentamiento de la bixina, se forman los productos de degradación de color amarillo. La intensidad de la concentración de este compuesto dependerá del tiempo y la temperatura utilizados en el proceso de extracción. (Ibrahim, 2007).

CAPITULO III

METODOLOGÍA DE TRABAJO

3.1 UBICACIÓN Y LUGAR DE TRABAJO

La investigación se realizó en las instalaciones de la Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga. Utilizando los laboratorios de Transferencia de Masa, Análisis Instrumental, Procesos Agroindustriales, Hidrocarburos de la Facultad de Ingeniería Química y Metalurgia.

Departamento : Ayacucho

Provincia : Huamanga

Distrito : Ayacucho

Situada a una altitud de 2850 msnm

3.2 NATURALEZA DEL ESTUDIO

El trabajo de investigación propuesto es de tipo aplicativo y el nivel de estudio experimental, porque se trata de manipular las variables independientes deliberadamente.

En este caso específico, el estudio tiene la finalidad de determinación la evaluación de los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (*Bixa orellana* L.), utilizando la operación unitaria de lixiviación.

3.2.1 Delimitación del campo de estudio

La investigación que se realizó es de tipo experimental – descriptivo, ya que se planteó objetivos y se realiza un análisis profundo de las mismas. El campo de estudio es la evaluación de parámetros de extracción del colorante natural a partir de semilla de achiote.

3.2.2 Definir el tipo de investigación

La investigación es de tipo aplicada y de nivel explicativo o experimental porque se manipula diversas variables de manera experimental en el proceso extracción de colorante.

3.2.3 Técnicas de recolección de datos

Exploración literaria, búsqueda de información bibliográfica de publicaciones de tesis, artículos científicos, revistas, datos obtenidos por experimentos realizados a distintos niveles de evaluación como análisis fisicoquímico y determinación de parámetros.

3.3 POBLACIÓN Y MUESTRA

Población

Está conformada por las diversas variedades de semillas de achiote producidas en centro poblado Villa Unión del distrito de Anchiuay de la provincia de Lamar en la región de Ayacucho, cultivo de achiote de la variedad roja se aprecia en la figura 19.



Figura 19. Cultivo de achiote incito
Fuente: Tomada fotografía en el campo

Muestra

La materia prima utilizada de semilla del achiote (*Bixa orellana L.*) en cápsula, proveniente de la comunidad de Villa Unión, municipio del Distrito de Anchohuay se encuentra localizado entre los paralelos 73° 35' 12" Longitud Oeste y 12° 35' 12" Latitud sur cuya altitud varía entre los 750 a 4700 msnm. El distrito Anchohuay se encuentra ubicado en el Valle Rio Apurímac, observar en la figura 20. (Republica, 2018).

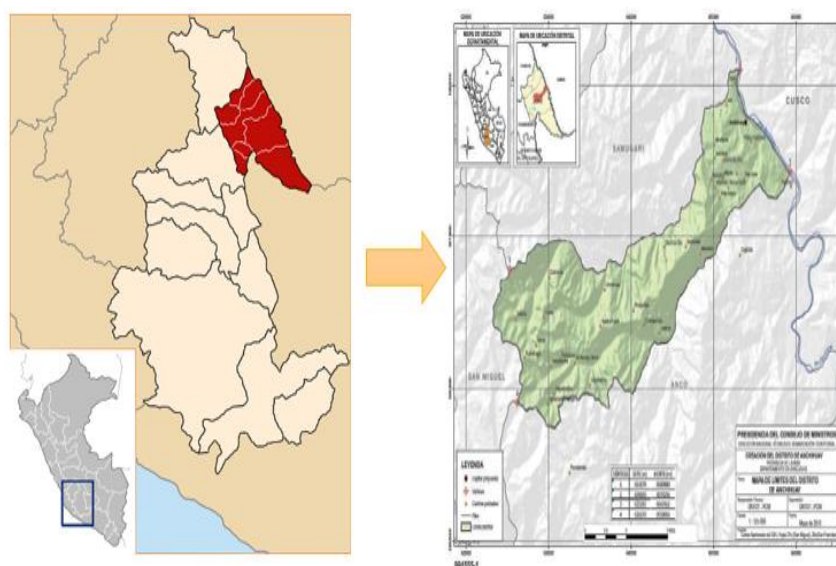


Figura 20. Ubicación geográfica de la semilla de achiote
Fuente: https://es.wikipedia.org/wiki/Distrito_de_Anchohuay

3.4 EQUIPOS, MATERIALES E INSUMOS

3.4.1 Equipos

- Agitador digital : Digital, con una rpm 135 a 1000 rpm
- Balanza analítica : Capacidad 120 g., precisión 0,0001 g
- Balanza mecánica : Capacidad 2500 g., precisión 0,01 g
- Cocina Eléctrica : Marca Finezza y 2 hornillas de 15 cm.
- Espectrofotómetro : Marca GÉNESYS 10S VISS longitud onda de 325 nm a 750 nm
- Estufa : Marca VWR International, tensión 220 VAC, frecuencia 50
 - Hz, regulador de lectura digital.
- Tamiz : Tamiz de 5mm,4mm,3.15mm para operación manual
- Mufla : Se determina rango de temperatura de 100 °C a 1100 °C
- Termostato : Marca MLW, rango de temperatura (-60 °C a +50 °C / +
 - 80 °C a +160 °C), capacidad 15 l.

3.4.2 Materiales

- Bureta
- Cronómetro
- Embudos
- Lunas de reloj
- Matrices
- Pinzas
- Pipetas
- Placas Petri
- Probeta
- Soporte universal
- Termómetros
- Tubos de ensayo
- Varillas de vidrio
- Vasos de precipita

3.4.3 Materia prima e insumos

- Semillas de achiote (*Bixa orellana* L.)
- Agua destilada, cloroformo, solución acuosa de NaOH, solución acuosa de KOH, aceite de cocina primor.

3.4.4 Recursos Humanos

- Diversos profesionales del área de Operaciones Unitarias de la FIQM – UNSCH.

3.5 IDENTIFICACIÓN DE ACTIVIDADES PROGRAMÁTICAS

3.5.1 Estudio de preliminar

Evaluación de modelo multiparametrica

Son modelos empíricos que son conocidos como multiparametricos (Minitab, spss, matemático, sas entre otros), la aplicación para el análisis de datos de tipo estadístico, para ecuaciones de tendencia lineal, que pueden presentar hasta tres variables y que tenga superficie de respuesta.

Modelos termodinámicos de transferencia y de ingeniera tienen funcionalidades diferentes, en el caso lixiviación el estudio paramétrico concurre en la elaboración del diagrama de extracción de solido liquido basado en el parámetro de la solución retenida por unidad de insoluble (inerte). Estos modelos presentan ecuaciones polinomicas por lo tanto no es aplicable modelo multiparametrico.

Evaluación de materia prima se desarrolla por diferentes criterios

La semilla de achiote tiene como principio activo es la bixina y la norbixina se caracteriza por tener pigmentos que carotenoides son los fijadores de luz y permiten que desarrolla la fotosíntesis adquiriendo coloración y esto varia para cada variedad. (Taham, 2015), se determina en la tabla 8.

La variedad roja es la que se encuentra en gran cantidad como materia prima en un 80 % de producción de total de semilla de achiote, mientras la amarilla y la negra 20 % de producción de materia priman esto a nivel nacional.

Tabla 8. *La selección de materia prima con alto contenido de colorante*

Variedad	Características
Achiote colorado(roja)	Plantas de flores blancas y semillas de color oscuro o bermellón. La semilla posee un color rojo intenso. Mayor rendimiento, alto contenido de colorante; cápsulas indehiscentes, uniformidad en la maduración, mayor rusticidad y rápido crecimiento. (Fernández, 2015). Es el más utilizado en el uso industria y domestico por su coloración rojo intenso y alto rendimiento.
Achiote amarillo	Planta de flores rosadas, semillas de color rojo claro amarillento. Presentan menor rendimiento, son dehiscentes, poseen buen contenido de colorante, pero tienen menor rusticidad. (Fernández, 2015). Por no poseer altas concentraciones de este pigmento es menos empleado en la industria cosmética o desde el punto de vista gastronómico.
Achiote negro (morado)	El tallo, hojas y frutos son de color más oscuro que los otros tipos anteriores. Bajo contenido de porcentaje de materia colorante, la variedad se encuentra en escasa cantidad. (Fernández, 2015). Por esta razón el achiote negro es poco utilizado. De hecho su uso se limita principalmente a ciertas regiones en las cuales se les considera como un condimento tradicional.

3.5.2 Estudio de definidos

Se determina cuáles son los procesos a seguir y las técnicas que se utilizara durante el desarrollo metodológico del presente trabajo de investigación sobre parámetros de extracción de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*).

- Acondicionamiento de la muestra
- Caracterización fisicoquímica
- Determinación de solidos solubles totales.
- Obtención de norbixina concentrado en polvo
- Espectrofotometría UV/VIS
- Evaluación del espectro de absorbancia
- Curva estándar de absorbancia de norbixina
- Análisis de colorante en muestras
- Extracción del colorante
- Determinación de parámetros óptimos
- Evaluación de resultados
- Análisis y discusiones
- Propuesta de extracción

3.6 DESCRIPCIÓN DE LOS MÉTODOS Y TÉCNICAS DE EVALUACION

Describir todo el proceso metodológico de manera detallada ordenada concreto con técnicas ya definidas elegidas y para plasmar en el siguiente trabajo de investigación sobre parámetros de extracción de colorante de a partir de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) a nivel laboratorio y finalmente llevarlas a nivel industrial.

3.6.1 Acondicionamiento de la muestra

Para obtener la muestra de laboratorio se debe acondicionar según la naturaleza y características del material, en este caso se adquiere comercialmente a semilla de achiote de la variedad colorada, Se seleccionan, se clasifica por método de cuarteo para su reducción de la muestra para luego guardan apropiadamente en un envase de polietileno a fin de que no se interfiera su humedad.

3.6.2 Caracterización fisicoquímica

La caracterización es determinar todas las propiedades físicas y químicas de la semilla de achiote de la variedad colorada, el análisis se realiza en los ambientes de Biotecnología Agroindustrial, Análisis Instrumental.

- Granulométrica
- Humedad por método de estufa
- Ceniza total por método incineración directa
- Grasas totales por solventes en caliente
- Proteína total por método de micro Kjeldahl
- Fibras totales de digestión ácida-alcalina

Para mayor información ver en el anexo 3 y 4.

3.6.3 Determinación de norbixina

Se caracterizó los componentes de la matriz sólida de la semilla de achiote (*Bixa orellana* L.); estos componentes son:

- A : Sólidos solubles (soluto)
- I : Insolubles (con respecto al solvente utilizado)
- D : Disolvente líquido

- Pesar exactamente 10 g de muestra.
- Realizar la extracción sólido-líquido hasta que la semilla de achiote ya no tenga más colorante (norbixina) que extraer, se realizó cinco etapas.
- Se procede a colar la semilla, de aquí se tiene el refino húmedo decolorada y extracto total.
- Juntar el extracto total E₁; E₂; E₃, E₄, E₅. Hacer una lectura de absorbancia de la norbixina
- Finalmente determinar la concentración máxima de la norbixina

Para mayor información ver en el anexo 5.

3.6.4 Obtención de norbixina concentrado en polvo

Extracción y purificación norbixina para determinar curva matriz. (Payes, 2017). Se prosiguió lo siguientes pasos:

- Semilla de achiote 250 g
- Desengrasado con n – Hexano
- Secado de solvente
- Remojado con agua destilado de 2 horas
- Extracción NaOH 2 % de tres etapas.
- Mediante la adición de solución de ácido sulfúrico H_2SO_4 10 % regular el pH de la solución hasta llegar a 2,06
- Filtrar el precipitado a través de la filtración de la bomba al vacío.
- Colocar el colorante filtrado en el equipo de estufa a una temperatura de 57 °C. por un periodo 3 horas
- Moler con el mortero para obtener la norbixina concentrado en polvo

Para mayor información ver en el anexo 6.

3.6.5 Espectrofotometría UV/VIS.

- A las muestras se le realizaron las diluciones necesarias para la lectura espectrofotométrica.
- Se tomó 10 ml de extracto y se transfirió a un balón de 100 mL aforando con solución de NaOH al 0,1N.
- Se tomó una alícuota de 10 mL de la solución anterior y se llevó a un segundo balón de 100 mL y se aforó con solución de NaOH al 0.1 N.
- Finalmente se realiza un barrido de absorbancias entre 325 a 750 nm en el espectrofotómetro GENESYS 10S VIS, en la zona correspondiente al espectro visible, a la longitud de onda de ocurrencia máximo de absorción.
- Se utilizó como blanco una solución de hidróxido de sodio 0,1 N. El cálculo de la concentración de pigmentos se realiza con la curva estándar.

3.6.6 Evaluación del espectro de absorbancia

Se determinó la longitud de onda que nos brinde el mayor rango para las lecturas de absorbancia de los extractos correspondientes a cada ensayo según los parámetros de los factores que inciden en la extracción de norbixina de la semilla de achiote (*Bixa orellana* L.).

- Se preparó soluciones, una de mayor concentración (solución concentrada) y otras de menor concentración.
- Soluciones diluidas se prepara de 10 mL de solución concentrada enrazada a 100 mL de solvente de solución acuosa de NaOH 0,1 N. esto hasta la tercera dilución obteniendo curva de espectro que representa tres picos.
- Con el equipo de espectrofotometría se realizó las lecturas de absorbancia a diferentes longitudes de onda. habiendo determinado el pico más alto de 482 nm que representa a la norbixina.

Para mayor información ver en el anexo 7.

3.6.7 Curva estándar de absorbancia para norbixina

Al tener la longitud de onda adecuada para el análisis de los factores que afectan en la extracción de solidos solubles se procedió a lo siguiente:

- A partir de una muestra en polvo de concentrado de norbixina se prepara una solución madre para realizar diluciones en diferentes concentraciones
- Las diversas diluciones preparadas, fueron analizadas en el espectrofotómetro efectuando las lecturas de absorbancia.
- Con los resultados obtenidos se hizo la gráfica de la curva estándar de las diversas absorbancias a concentraciones conocidas.

Para mayor información ver en el anexo 8.

3.6.8 Análisis de norbixina en muestras

La determinación del porcentaje extracción es a través de cuantificación de norbixina presente en el extracto mediante espectrofotómetro GENESYS 10S VIS con solución acuosa de Hidróxido de sodio 0,1 N.

Determinar el porcentaje de rendimiento para cada factor de los parámetros de extracción de colorante a partir de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*).

3.6.9 Extracción del norbixina

El procedimiento experimental se utiliza, para el desarrollo de los parámetros de extracción de norbixina de apartar de la semilla de achiote es lo siguiente:

- Selección de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*)
- Medir la masa de 10 g de semillas.
- Colocar la semilla en un vaso precipitado de 500 mL.
- Preparar solución acuosa de NaOH al 0,50 %.
- Medir 100 mL de solución acuoso de NaOH
- Agregar solución acuosa directamente sobre el vaso precipitado que contiene la semilla.
- Someter a una agitación dinámica por 15 minutos y 150 rpm
- La Separación de las semillas del extracto colorante a través filtrado y colado
- Medir volumen, peso del extracto y peso de semilla decolorada esto para cálculos de porcentaje de rendimiento
- El extracto se lleva a un análisis cualitativo y cuantitativo en el laboratorio de analista.

3.6.10 Determinación de parámetros óptimos.

Para cada variable independiente se trabajó en diferentes niveles con la finalidad de observar la cantidad de soluto extraído. Con esos datos obtenidos a través de la búsqueda univariada, que consiste en trabajar sólo con una variable a la vez, mientras que las otras se mantienen constantes esto permite obtener el mejor resultado de porcentaje de rendimiento de extracción de la norbixina de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*).

- Elección del solvente
- Concentración de solvente.
- Tiempo de extracción
- Grado de agitación
- Relación semilla a solvente
- Temperatura

3.6.11 Evaluación de resultados.

Para evaluación de resultados generalmente de trabajos de investigación se utiliza una diversidad de software como estadísticos, matemático spss,sas entre otros.

En este presente de trabajo de investigación se utiliza el software más básico que es el Microsoft Excel para evaluación de resultados determinación de parámetros de extracción de colorante de a partir de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*)

Finalmente, la interpretación de resultados es a través de representación gráfica de lixiviación de solido-liquido.

Análisis y discusiones

Se muestra a detalle las cantidades, concentraciones, figuras y tablas que determinarán los parámetros de extracción de norbixina a partir de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*).

Los resultados serán comparados con la información literaria como: trabajos de tesis, artículos científicos, libros, página web entre otros que sean relacionados al tema de extracción de norbixina.

3.6.12 Propuesta de extracción de colorante

- Extracción múltiple.
- Evaluación balance de materia
- Propuesta de técnica

CAPITULO IV

RESULTADOS EXPERIMENTALES

4.1 DESCRIPCIÓN DE TÉCNICA DE EVALUACION

4.1.1 Granulométrica

La granulometría se determina a través de tamiz, se utilizó tres tipos de mallas de 5 mm, 4 mm y 3,15 mm para establecer tamaño de semilla que representa mayor uniformidad, como muestra se tiene 4698,9 g de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*). El experimento se desarrolló en el laboratorio de cerámica, observar en la figura 21 y la tabla 9.



Figura 21. Tamiz de diferentes mallas

Tabla 9. *Determinación granulométrica a través de tamiz*

Abertura de Malla	Masa retenida (g)
5,00	166,10
4,00	998,10
3,15	3534,70
Suma	4698,90

Fuente: Elaboración propia.

4.1.2 Caracterización física

La variedad roja fue elegida por su capacidad de contenido de colorante, significa mayor porcentaje de rendimiento a comparación de amarilla y negra, la selección de variedad fue a través de pruebas preliminares, observa en la figura 22.



Figura 22. *Semilla de achiote*

La determinación de medidas de altura, ancho mayor y ancho menor de la semilla se hizo con la ayuda de vernier, se determina 10 muestras de semillas de achiote para finalmente sacar un valor promedio, se puede interpretar en la figura 23 y la tabla 10.



Figura 23.medida de vernier

Tabla 10.*Determinación de medidas de semilla de achiote por vernier*

Nº Muestra	Altura (H1)	Ancho mayor (L1)	Ancho menor (L2)
1	4,9	4,3	2,3
2	5,3	4,4	2,5
3	4,9	4,2	2,5
4	5,4	4,5	2,4
5	5,6	4,4	2,6
6	5,2	4,4	2,5
7	4,7	4	2,2
8	4,5	4,2	2,7
9	6,1	3,8	2,2
10	5,6	4,2	2,5
Promedio	5,22	4,24	2,44

Fuente: Elaboración propia.

a) Densidad aparente

La obtención de peso de la semilla es mediante balanza analítica y el volumen es medido a través de la probeta de 100 mL, a partir de estos dos datos se determina la densidad aparente, donde se realiza tres repeticiones para obtener un promedio como se muestra en la figura 24 y la tabla 11.



Figura 24. Volumen aparente

Tabla 11. Determinar densidad aparente de achiote

Muestra	Masa (g)	Volumen (mL)	Densidad aparente (g/mL)
1	51	90	0,6
2	52,2	90,2	0,6
3	51,8	92,8	0,6
Promedio			0,6

Fuente: Elaboración propia.

b) Densidad real

La determinación de densidad neta real es peso sobre volumen. La obtención de peso de la semilla es mediante balanza analítica, volumen inicial de la semilla se obtenido a través de la probeta de 500 mL, para obtener volumen final se le agrega agua, esto significa desplazamiento del volumen en la probeta. Por diferencia de estos dos se obtiene el volumen neto real. Los ensayos desarrollados fueron tres repeticiones como se observa en la figura 25 y la tabla 12.



Figura 25.*Densidad neta real*

Tabla 12.*Determinación densidad neta*

Muestra	Masa (g)	Volumen (mL)	Densidad neta (g/mL)
1	45	43	1,05
2	45,5	40	1,14
3	46	42,5	1,08
Promedio			1,09

Fuente: Elaboración propia.

c) **Determinadora digital de humedad**

Las pruebas realizadas fueron a través del equipo de determinador de humedad con las siguientes condiciones: temperatura 92 °C, peso de muestra establecido por el equipo entre tres a cinco gramos. Los ensayos fueron desarrollados en los ambientes de laboratorio de transferencia de masa, observar en la figura 26 y la tabla 13.



Figura 26.*Humedad de la semilla*

Tabla 13. *Determinación de humedad en la semilla de achiote*

Muestra	Masa (g)	Temperatura (°C)	Humedad (%)
1	4,0441	92	8,88
2	4,272	92	8,89
Promedio			8,84

Fuente: Elaboración propia.

4.1.3 Caracterización química

Se determina su composición química de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) en la variedad colorada que fue selección a través de pruebas preliminares.

a) Ceniza total por método incineración directa

Para obtener ceniza total se aplica el experimento por método de la incineración directa, que consiste en someter a la muestra a una temperatura de 650 °C utilizando equipo de horno mufla, por un periodo de cinco horas, realizado en los ambientes del laboratorio de Biotecnología, también se realizó por triplicado tal como se observa en la figura 27 y la tabla 14.



Figura 27. *Muestra de ceniza*

Tabla 14.*Determinación de contenido de ceniza en la semilla de achiote*

Prueba	Muestra (g)	Ceniza (g)	Ceniza (%)
1	4,725	0,2118	4,48
2	4,5484	0,2008	4,41
3	5,0082	0,2259	4,51
Promedio			4,47

Fuente: Elaboración propia.

b) Grasas totales por solventes en caliente

Se utiliza muestras deshidratadas (4.5 g), empaquetarla en un papel filtro y colocarlo en el cuerpo de Soxhlet, Agregar el solvente (n-hexano), conectar fuente de calor, esperar hasta que ya no se observe el color del solvente en el Soxhle, Evaporar el solvente remanente en el matraz en la estufa a 80 ° C, enfriar y finalmente pesar. Realizados en los ambientes de laboratorio de biotecnología, observar la siguiente figura 28 y la tabla 15.



Figura 28.*Extraccion Soxhlet*

Tabla 15. *Determinación de grasa en la semilla de achiote*

Prueba	Muestra (g)	Grasa (g)	Grasa (%)
1	3,036	0,0849	2,80
2	3,0669	0,1984	6,47
3	3,0022	0,0956	3,18
promedio			4,15

Fuente: Elaboración propia.

c) Proteína total por el método de micro Kjeldahl

La determinación de porcentaje de proteínas totales por método de Kjeldahl, que consiste en tres etapas: Digestión, destilación, titulación. Para el ensayo se utiliza la cocina de digestor a una $T = 360\text{ }^{\circ}\text{C}$ por un tiempo de tres horas, destilador marckman para obtener un volumen 100ml del destilado, finalmente la titulación para obtención de volumen gastado de ácido por el cambio de color. Este proceso se desarrolló en los ambientes de laboratorio de biotecnología, las pruebas realizadas fueron de tres repeticiones que se observa en la figura 29 y la tabla 16.



Figura 29. *Determinación de proteína*

Tabla 16.*Determinación de proteína en la semilla de achiote*

Prueba	Factor	N2 (%)	Proteína (%)
1	6,25	2,58	16,12
2	6,25	2,11	13,18
3	6,25	2,41	15,04
Promedio		2,41	14,78

Fuente: Elaboración propia.

d) Fibras totales de digestión ácida-alkalina

Determinación de porcentaje de fibras totales, consiste en digestión acida, digestión alcalina, la muestra se le agrega una solución acuosa de HCL con fin de eliminar la grasa, como segundo paso se procede a lavada la muestra con solución acuosa de NaOH para de neutralizar el pH. La incineración es someter a una temperatura 650 °C en el horno mufla por un tiempo de cinco horas, los experimentos se realizó tres repeticiones como se observa en la figura 30 y la tabla 17.



Figura 30.*Extracción de fibra*

Tabla 17.*Determinación de fibra en la semilla de achiote*

Prueba	Muestra (g)	Fibra (g)	Fibra (%)
1	3,0897	0,53	17,24
2	3,0780	0,54	17,50
3	3,0245	0,49	16,34
Promedio			17,03

Fuente: Elaboración propia.

4.1.4 Curva estándar de absorbancia de norbixina

Inicialmente se preparó una solución inicial de composición conocida de a partir de norbixina en polvo, seguidamente se realiza diluciones a diferentes concentraciones para obtener la absorbancia de cada una de las diluciones realizada, esto me permite graficar la curva matriz, observar mayores detalles en la tabla 18.

Tabla 18.*Determinar la curva estándar de absorbancia norbixina.*

Soluciones (*) (c mL/NaOH mL)	Concentración (g/L)	Absorbancia
10 mL/0 mL	0,0200	0,894
10 mL/5 mL	0,0133	0,681
10 mL/10 mL	0,0100	0,499
10 mL/15 mL	0,0080	0,410
10 mL/20 mL	0,0067	0,355

Fuente: Elaboración propia.

Donde (*)

C(mL): Muestra concentracion conocida

NaOH(mL): solucion acuosa de hidroxido de sodio

4.1.5 Determinación de parámetros óptimos.

Factores de mayor importancia en la extracción de norbixina de a partir de la semilla de achiote (*Bixa orellana* L.), mayores detalles observar en la figura 31.

Se desarrollar el rendimiento de extracción de norbixina para cada uno de los parámetros determinados, los cálculos se desarrolla utilizando la ecuación 15.

$$\text{Extracion de norbixina} = \frac{\sum(E_i y_i - S_i y_s)}{F * x_F} * 100$$

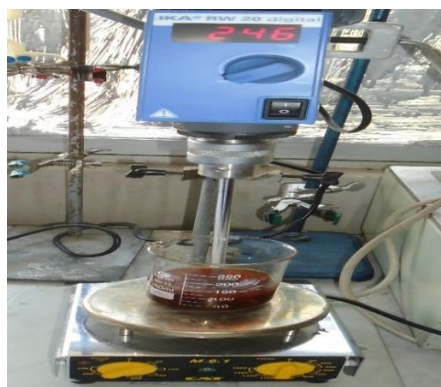


Figura 31. Extracción de colorante

a) Elección del solvente

Las condiciones de trabajo de elección de solvente: es de una sola etapa, semilla de achiote 10 g, temperatura de solvente 21 °C, tiempo de contacto de 25 minutos, velocidad de agitación 250 rpm, La relación de alimentación de semilla-solvente es de 1:10, volumen del solvente es 100 mL.

Los solventes utilizados en el experimento son: agua destilada, cloroformo, aceite vegetal marca primor, solución acuosa de NaOH, solución acuosa de KOH, observar mayores detalles en la tabla 19.

Tabla 19. Rendimiento de extracción de colorante según el tipo de solvente

Solvente	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
Agua destilada	97,50	1,33	18
Solución acuosa de NaOH	94,00	6,00	79
Aceite vegetal	99,50	1,25	18
Cloroformo	95,20	5,80	78
Solución acuosa de KOH	76,00	4,90	52

Fuente: Elaboración propia.

b) Concentración de NaOH

Habiendo determinado el tipo del solvente se procede a probar la cantidad de concentración en peso por volumen (g/L); significa preparar una solución acuosa a diferentes concentraciones con las siguientes condiciones: una sola etapa, semilla de achiote 10 g, temperatura de 21 °C, tiempo de contacto de 25 minutos, velocidad agitación 250 rpm, relación de alimentación de semilla-solvente es de 1:10. Para la solución acuosa NaOH. El experimento realizado a diferentes concentraciones, se observa en la tabla 20.

Tabla 20. Rendimiento de extracción de colorante según la concentración

Concentración de solvente (NaOH/100ml H ₂ O)	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
0,25	96	5,84	79
0,50	95	5,94	80
0,75	95	5,96	80
1,00	95	5,98	80
2,00	92	5,23	68
5,00	95	5,31	71

Fuente: Elaboración propia.

c) Tiempo de extracción

En este caso se realizaron los ensayos con la finalidad de determinar el tiempo de contacto óptimo con agitación. Para ello se estableció cinco niveles de variación de tiempo para observar el porcentaje de rendimiento de soluto extraído con las siguientes condiciones: temperatura 21 °C, velocidad de agitación 250 rpm, relación de alimentación – disolvente 1:10, semilla 10 g, todo esto se desarrolla en una sola etapa, observar mayores detalles en la tabla 21.

Tabla 21. *Rendimiento de extracción de colorante según el tiempo de contacto*

Tiempo de contacto (min)	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
5	98,00	5,09	70
15	97,00	6,06	83
25	95,00	6,10	82
35	95,00	6,26	84
45	93,00	6,48	85

Fuente: Elaboración propia.

d) Grado de agitación

El grado de agitación consiste en maceración dinámica por lixiviación, generando difusión conectiva que desarrolla hacia el medio líquido, se ha evaluado la extracción de la norbixina a diferentes revoluciones por minuto (rpm), se efectuaron 5 niveles variación y con las siguientes condiciones: temperatura 21 °C, tiempo de contacto 15 minutos, relación de alimentación – disolvente 1:10, semilla 10 g, todo esto en una sola etapa, observar en la tabla 22.

Tabla 22. *Rendimiento de extracción de colorante según la velocidad de agitación*

Velocidad de agitación (rpm)	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
150	95	6,04	81
200	93	6,10	80
250	94	6,00	79
300	95	6,36	85
500	94	6,53	87

Fuente: Elaboración propia.

e) Relación semilla a solvente

El factor variable es el efecto de alimentación de semilla-solvente, se determinó 5 niveles de variación en el experimento con las siguientes condiciones: temperatura 20 °C, velocidad de agitación 250 rpm, tiempo de contacto 15 minutos, semilla 10 g, una sola etapa, para mayores detalles observar en la tabla 32.

Tabla 23. *Rendimiento de extracción de colorante según la relación de solido solvente*

Relación -Semilla solvente (g/mL)	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
1:5	45	12,32	78
1:10	95	5,86	78
1:20	195	2,78	76
1:40	394	1,49	83
1:60	590	1,03	85

Fuente: Elaboración propia.

f) Temperatura

Con la finalidad de observar la variación del rendimiento de la extracción de soluto, se realizaron ensayos a distintas temperaturas. Se trabajó con seis niveles de temperatura, desde 20 °C hasta 60 °C y con los siguientes factores de extracción: velocidad de agitación 250 rpm, relación de alimentación – disolvente 1:10, tiempo de contacto de 15 minutos, semilla 10 g, todo esto en una sola etapa como se muestra en la tabla 24.

Tabla 24. *Rendimiento de extracción de colorante según la temperatura.*

Temperatura (T°C)	Volumen del colorante (mL)	Concentración de colorante (g/L)	Rendimiento de extracción de colorante (%)
20	96,00	5,23	71
25	95,00	5,15	69
30	93,00	5,75	75
40	89,00	6,89	86
50	84,00	6,32	75
60	75,00	6,52	69

Fuente: Elaboración propia.

CAPÍTULO V

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.1 CARACTERIZACIÓN DE LA MATERIA PRIMA

5.1.1 Granulometría

Teniendo en cuenta que la granulometría es uno de los factores de mayor importancia que es la reducción de tamaño de partículas, en este caso no es necesario porque la norbixina se encuentra en el pericarpio de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*).

La utilización del tamiz es para la selección y clasificación homogénea de las semillas de achiote (*Bixa orellana L.*), que permita disponer de materia prima uniforme para los distintos experimentos a desarrollarse en la presente investigación, los resultados de la clasificación por tamizado se interpretan en la figura 32.

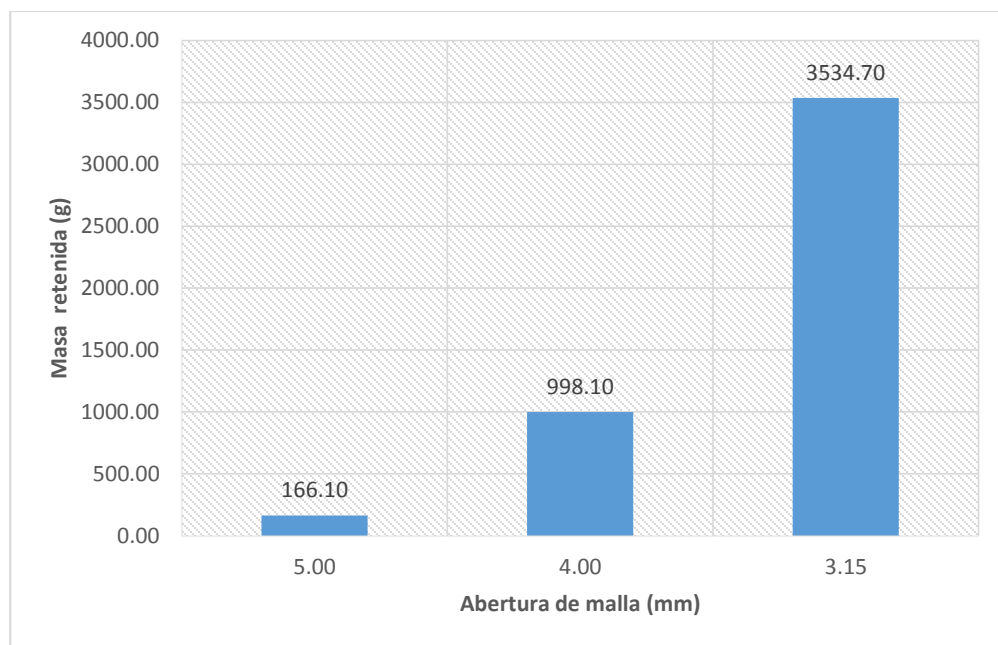


Figura 32. Cantidad de masa retenida en función a la abertura de malla.

De acuerdo la grafica se interpreta que el 3,53 % de las semillas son retenidas de la malla de 5 mm, el 21,24 % de la malla 4 y el mayor porcentaje que es del 75,22 % son los retenidas de la malla 3,15 mm, que son los utilizados en la experimento.

5.1.2 Características físicas

Las características físicas de la variedad colorada, propiamente de condiciones ecología del centro poblado de Villa Unión, el análisis esta representados en la tabla 25.

La medición longitudinal de la semilla de achiote se determina usando el vernier, con las dimensiones L_1 , L_2 , H_1 . se analizan un conjunto de semillas y finalmente se saca el promedio, mayor detalle observar en la figura 33.

Tabla 25. Caracterización física de semillas de achiote

Semilla	Características
Color	Anaranjado rojizo
Forma	Piramidal
Textura	Duro
Sabor	Característico de achiote
Apariencia	Grano pequeño
Impureza	Sin impurezas
Altura (H1)	5,22 mm
Ancho mayor (L2)	4,24 mm
Ancho menor (L1)	2,44 mm
Densidad aparente	0,57 g/mL
Densidad neta	1,05 g/mL
Porosidad	0,48

Fuente: Elaboración propia.

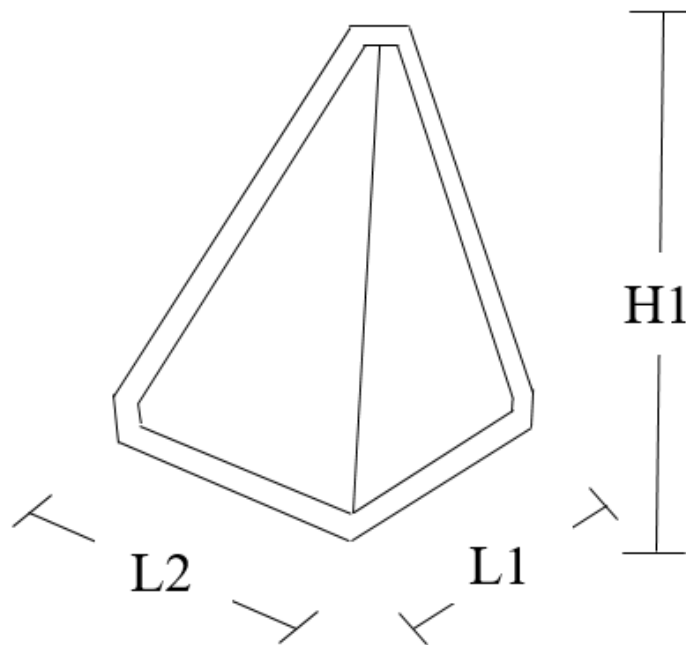


Figura 33. Representación simbólica de la semilla de achiote
Fuente: Elaboración propia.

Es importante la adquisición de la materia prima en su cápsula original de la semilla, para evitar el desprendimiento del colorante, es de vital importancia el control de masa encapsulada, y así darle un trato adecuado en el proceso de recolección, transporte y almacenamiento de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*), para mantener sus atributos físicos y su principio activo.

5.1.3 Características químicas

La caracterización química de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) realizadas para la variedad colorada, siguientes resultados: humedad 8,84 %, ceniza 4,4 %, fibra bruta 17,02 %, proteína 14,78 %, grasa 4,15 % y carbohidratos 50,81 %, observar con mayor detalle en la tabla 26.

Tabla 26. Composición química de la semilla de achiote

Composición	Rendimiento (%)
Humedad	8,84
Ceniza	4,4
Fibra bruta	17,02
Proteína	14,78
Grasa	4,15
Carbohidratos	50,81

Fuente: Elaboración propia

La bibliografía nos muestra la composición de las semillas de anoto donde se destacan carotenoides (bixina y norbixina), humedad 11,92 %, ceniza 6,92 %, fibra bruta 13,85 %, proteína 12,82 %, grasa 5,22 % y carbohidratos 47,90 %. Variación es mínima con el desarrollo experimental. (Camacaro, 2018).

Según diferentes fuentes, la composición tanto química como nutricional de la semilla del achiote es muy variada, humedad 8 a 13 %, ceniza 4,50 a 7,97 %, fibra bruta 18,48 %, proteína 13 a 14,24 %, y carbohidratos 39,91 %. (Devia, 2003).

La composición química y nutricional de la semilla es variada por diferentes y factores como: condición de crecimiento, manejo agronómico, condición de almacenamiento, variedad y otros, que repercuten en su calidad de la semilla para su rendimiento de contenido de colorante. (Camacaro, 2018).

5.1.4 Evaluación del espectro de absorvancia

Se determina la longitud de onda en el cual la absorbancia del analito es máxima en se punto se determina la longitud de onda definida, se observa tres picos en la figura 34.

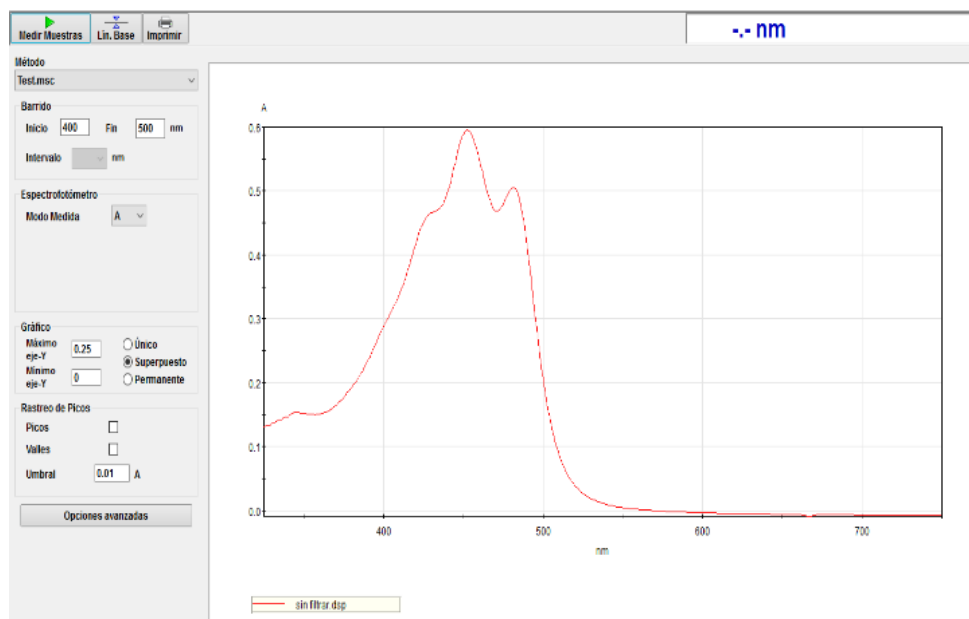


Figura 34. Curva espectral de longitud de onda para norbixina ($\lambda = 482\text{nm}$)
Fuente: Elaboración propia.

El espectro visible de los carotenoides es bastante característico en el rango de 400 a 500 nanómetros. Se observa un máximo alrededor de 453 a 482 nanómetros y generalmente se encuentran tres picos de absorción máxima. Estos picos son numerados I, II y III, partiendo de la más baja longitud de onda en dirección al más alto. (Narváez, 2015).

Las medidas de la absorbancia en los picos II o III se utilizan para la determinación cuantitativa de la bixana y de la norbixina, generalmente se utiliza pico III porque en esta longitud de onda (482 nm); hay menos interferencia de los posibles productos descompuesto amarillo que se superponen en la curva espectral (Ibrahim, 2007).

5.1.5 Curva estándar de absorbancia de norbixina.

Utilizando la norbixina en polvo obtenida en laboratorio, se toma una muestra seca y se realiza las diluciones a concentraciones conocidas (g/L) para leer la absorbancia a 482 nm de longitud de onda máxima en el espectrofotómetro VIS 10S, mayores detalles observar figura 35.

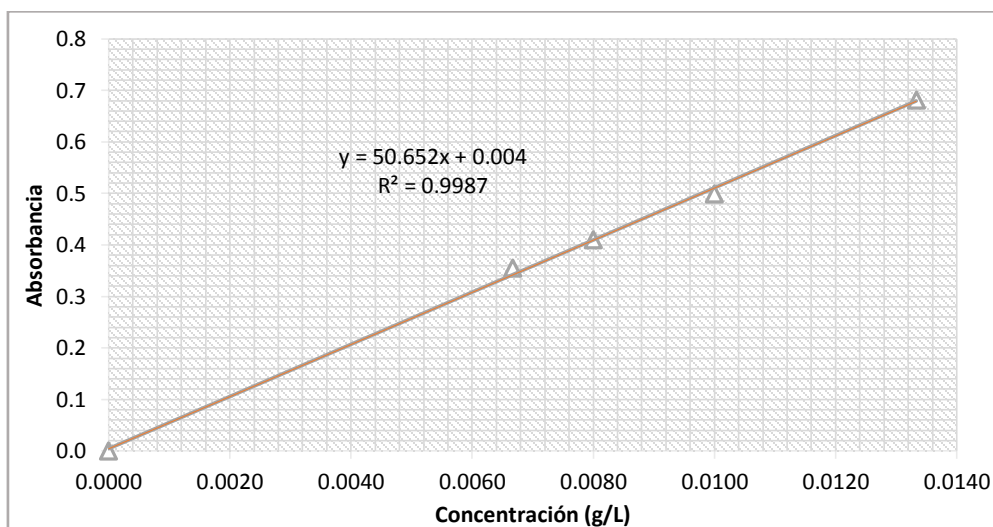


Figura 35. Curva estándar de absorbancia para la norbixina
Fuente: Elaboración propia.

Una vez obtenida la gráfica se determina la función matemática que es una línea recta de estandarización, a través de regresión de los mínimos cuadrados, la cual relaciona la absorbancia y la concentración del analito como concentrado de norbixina. La siguiente función matemática se utiliza la ecuación 8.

$$A = 50,652 * C + 0,004$$

Donde

- A Absorbancia.
n Intercepto de la recta (0,004)
m Pendiente de la recta, (corresponde al producto entre la absorptividad a de la muestra y el espesor b de la cubeta) (50,652)
c Concentración (g/L)

La absorbancia de la solución problema se remplaza en la ecuación para obtener su absorbancia, que debe estar en un rango de 0,2 a 0,8 en caso contrario efectuar la dilución pertinente.

5.2 DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS ÓPTIMOS.

5.2.1 Elección del solvente

La selección del solvente a utilizar para la extracción de la bixina a partir de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) está basada en criterios de solubilidad, selectividad y toxicidad.

Los resultados obtenidos determinan el rendimiento de extracción de colorante en cada solvente: agua 18 %, solución acuosa de NaOH 79 %, aceite vegetal 18 %, cloroformo 78 %, solución acuosa de KOH 52 %, la interpretación del análisis en la figura 36.

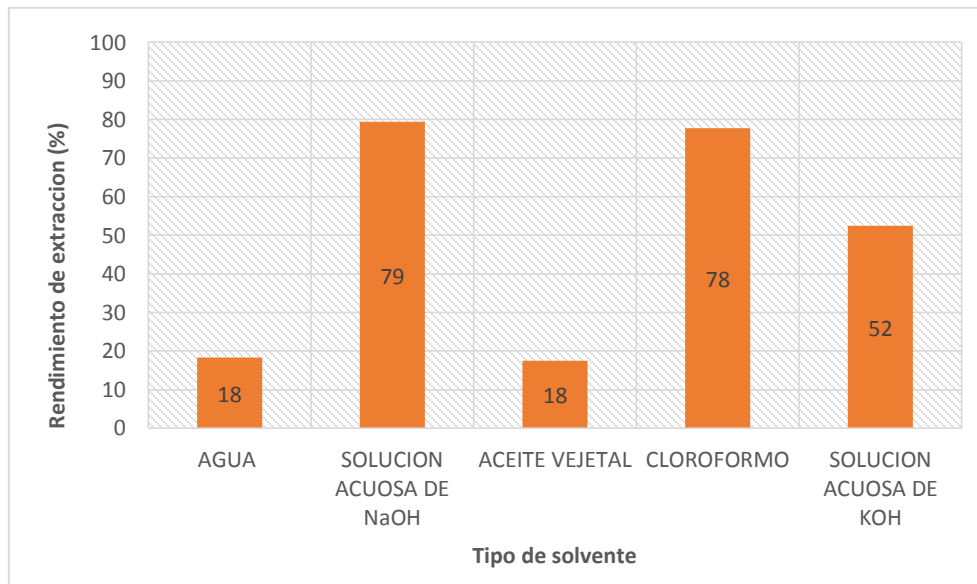


Figura 36. Rendimiento de extracción en función del tipo de solvente
Fuente: Elaboración propia.

El solvente capaz de cumplir con las condiciones de solubilidad, selectividad y toxicidad es la solución acuosa de NaOH al 0,50 % (peso/volumen), que representa 79 % a comparación de cloroformo 78 %. Este último es un reactivo no es recomendable para consumo humano y además es más costoso.

Quedando definido la solución acuosa de KOH al $(2,0000 \pm 0,0006)$ % como buen solvente extractor de bixina a comparación de n-hexano, acetato de etilo y etanol, y sus incidencias toxicológicas mínimas, además de ser más económico para una extracción adecuada. (Camacaro, 2018).

Tomando en cuenta los resultados de cloroformo, acetona y solución acuosa de NaOH en la extracción de colorante, el espectro obtenido usando hidróxido de potasio al 2 % confirma una alta concentración de bixina con menor contaminación. (Narváez, 2015).

El uso de solución acuosa de NaOH al 0,5 % (peso/volumen) es más selectivo a comparación con la bibliografía usada que utiliza solución acuosa de KOH al 2 % (peso/volumen). Generando mayor uso de reactivos, mayor contaminación, mayores de costo de producción.

5.2.2 Concentración de NaOH

Este parámetro se maneja como variable del proceso porque, en parte, de ella depende el desprendimiento del colorante de las semillas, teniendo en cuenta que en los estudios realizados se han trabajado concentraciones de 0,25 % (peso/volumen), 0,50 % (peso/volumen), 0,75 % (peso/volumen), 1 % (peso/volumen), 2 % (peso/volumen), hasta 5 % (peso/volumen), estos fueron evaluados dando resultados en rendimiento de extracción de colorante al 79 % de rendimiento, 80 %, 80 %, 80 %, 68 % y 71 % respectivamente, la interpretación del análisis en la figura 37.

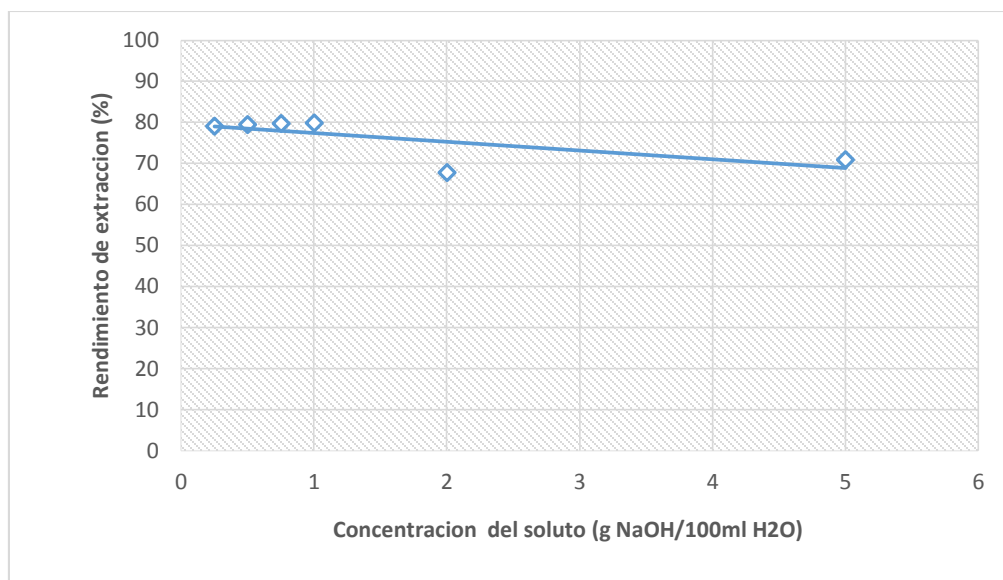


Figura 37. Rendimiento de extracción en función de la concentración de NaOH
Fuente: Elaboración propia.

La concentración adecuada es 0.50 % (peso/volumen) de NaOH que representa 80 % de extracción de colorante. El aumento de concentración del soluto desde 0,25 % (peso/volumen) hasta 1 % (peso/volumen) solo implica en el rendimiento de extracción un incremento del 1 %, lo cual es insignificante, e incluso tiende a disminuir para mayores concentraciones de NaOH, cuyo exceso de reactivo implica mayores costos operativos.

la concentración de hidróxido de sodio (0,25; 0,5 y 0,75 N) en la extracción de colorante de achiote, dentro de ellos la mayor extracción de pigmentos se alcanzó a una concentración de hidróxido de sodio de 0,5 N. (García, 2010).

El resultado experimental afirma que puedo utilizar solución acuosa NaOH al 0,5 % (peso/volumen), mientras otros estudios realizados se han trabajado concentraciones entre 1 % a 2 % (peso/volumen), pero se deben emplear bajas concentraciones de álcali para no degradar el colorante, sin correr el riesgo neutralizarse el colorante por que la semilla es ligeramente alcalina.

5.2.3 Tiempo de extracción

Es el tiempo de permanencia de la semilla en agitación para retirar la máxima cantidad de colorante, el análisis evaluado fue: con 5 minutos se obtiene el 70 % de rendimiento, 15 minutos el 83 %, 25 minutos el 82 %, 35 minutos el 84 % y con 45 minutos se obtiene el 85 % rendimiento, la interpretación del análisis en la figura 38.

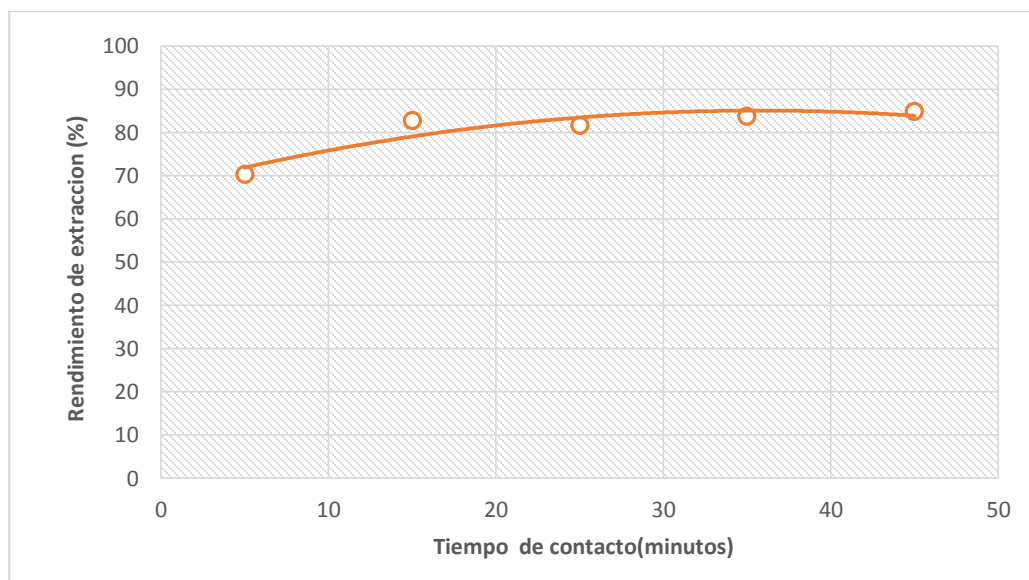


Figura 38. Rendimiento de extracción en función del tiempo de contacto con agitación
Fuente: Elaboración propia.

El tiempo de contacto con agitación es de 15 minutos que representa 83 % rendimiento de extracción. Si no es suficiente el tiempo puede causar que parte del colorante quede en las semillas sin desprenderse, pero si el tiempo es demasiado grande puede causar que las semillas desprendan otros componentes que pueden dañar el colorante extraído. Ya que las variaciones son insignificantes que representa de 2 % en 30 minutos más, esto significa pérdida de tiempo, gasto de energía, entre otros.

En los tiempos de agitación considerados de 30, 45 y 60 minutos, se demostró que a los 60 minutos se obtuvo una mayor extracción del colorante, y se debería a que a mayor tiempo de contacto del solvente con la semilla existe una mayor extracción. (Ayala, 2016)

El resultado obtenido es coherente, debido a que la agitación agrega al sistema extracción sólido - líquido mayor eficiencia y por ende mayor rendimiento en menor tiempo y una tecnología moderada a comparación al tiempo de contacto sin agitación que puede durar: hora, días, años esto refleja menor eficiencia.

5.2.4 Grado de agitación

Los resultados obtenidos determinan el rendimiento de extracción de colorante en cada velocidad agitación: con 80 rpm se obtiene el 78 % de rendimiento, con 150 rpm el 81 %, 200 rpm el 80 %, 250 rpm el 79 % y con 300 rpm el 85 % de rendimiento, la interpretación del análisis en la figura 39.

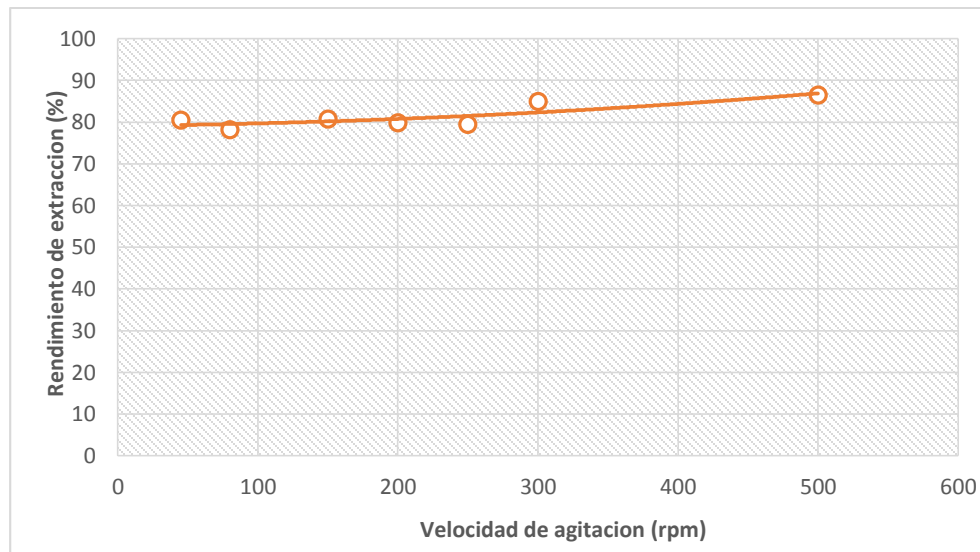


Figura 39. Rendimiento de extracción en función de la velocidad de agitación
Fuente: Elaboración propia.

La velocidad de agitación se considera 150 rpm que representa en porcentaje de rendimiento 81 %. Porque de a partir 200 rpm la agitación es fuerte y expulsa las partículas sólidas hacia las paredes del recipiente e incluso genera desprendimiento de la semilla. No hay un incremento significativo de porcentaje de rendimiento, ya solo aumenta en 6 % desde 150 rpm hasta 500 rpm, generando gasto de energía en cuestión de costo y tiempo no es rentable.

Según la bibliografía la velocidad agitación es de 140 rpm, la cual se fija como un parámetro definido por las características del agitador (Devia, 2003).

El resultado de grado de agitación es de 150 rpm mientras la bibliografía es de 140 rpm, a bajas velocidades el rendimiento es mayor, Pero sin embargo hay que tener cuidado para mantener la capacidad de difusión convectiva porque hay punto de difusión molecular donde el rendimiento de extracción es mucho menor.

5.2.5 Relación de alimentación con disolvente

Es una variable importante porque indica cual debe ser el volumen adecuado de solvente para un peso determinado de semillas. Los resultados obtenidos determinan el rendimiento de extracción de colorante en cada alimentación, con disolvente de 1/5 mL (peso/volumen) el 78 % rendimiento, 1/10 mL (peso/volumen) el 78 %, 1/20 mL (peso/volumen) el 76 %, 1/40 mL (peso/volumen) el 83 % y con disolvente de 1/60 mL (peso/volumen) el 85 % de rendimiento, la interpretación del análisis en la figura 40.

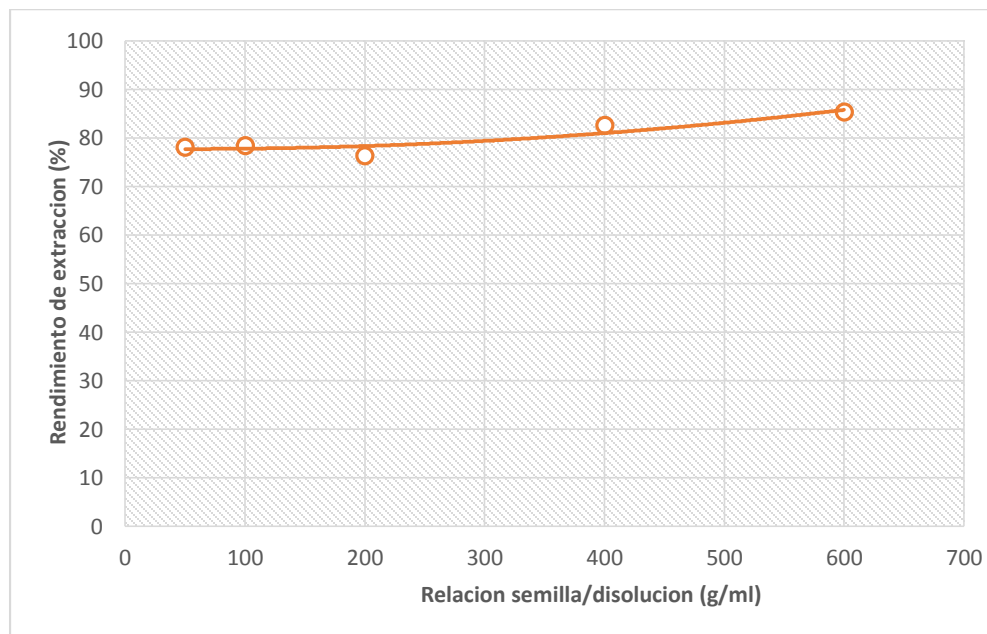


Figura 40. Rendimiento de extracción en función a la cantidad de disolvente
Fuente: Elaboración propia.

La relación de semilla solvente que es recomendable de 1/10 mL peso sobre volumen que representa un porcentaje de rendimiento 78 %. A medida que aumenta el uso de solvente requiere mayor reactivo, El aumento de 7 % de porcentaje de rendimiento utilizando 500 mL más de solvente, resulta insignificante por lo tanto la rentabilidad es menor.

En los ensayos realizados se manejan relaciones de semilla/ volumen del solvente (1:2, 1:3 y 1:4,). La mayor extracción se determina en la relación 1:3 de cantidad de semilla/ volumen de solvente (Ayala, 2016).

El resultado experimental afirma que puedo utilizar la relación de semilla/volumen de solvente es 1/10 mL (peso/volumen), mientras otros estudios realizados se han trabajado con relación 1/3 mL (peso/volumen) ,pero a medida que la relación de semilla/volumen del solvente disminuye es más concentrado corre el colorante, se asume riesgo de perder el concentrado de colorante por error en diferentes diluciones, filtrados y colados, también comienza a la saturación de las moléculas por ende disminuye el porcentaje rendimiento de extracción de colorante total.

5.2.6 Temperatura

Es la temperatura que debe mantener la solución en la operación de lixiviación, para obtener el máximo rendimiento de colorante. El análisis realizado para cada temperatura es: con 20 °C se obtiene el 71 % de rendimiento, 25 °C el 69 %, 30 °C el 75 %, 40 °C el 86 %, 50 °C el 75 % y 60 °C se obtiene el 69 % de rendimiento, la interpretación del análisis en la figura 41.

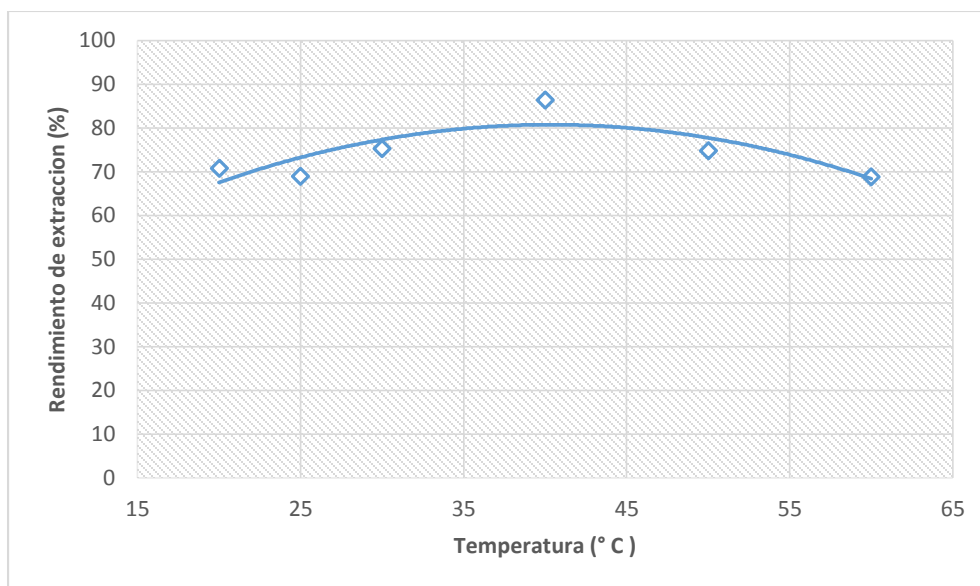


Figura 41. Rendimiento de extracción en función de la temperatura
Fuente: Elaboración propia.

La temperatura recomendable para la extracción es de 40 °C y el rendimiento es de 86 %. Donde la pendiente de esta relación es ascendente hasta 40 °C, luego de ello se tiene una caída de la pendiente esto significa que el principio activo de semilla de achiote comienza desnaturalizarse.

Se ensayaron tres niveles para cada variable en estudio de temperatura (65; 70 y 75 °C), El matraz se sumergió en un baño termostático de agua para garantizar que la extracción se llevara a cabo a una temperatura constante. Dando como resultado de mayor extracción de colorante se alcanzó a la temperatura de 75 °C. (García, 2010).

La referencia bibliográfica citada considera 75 °C como resultado de mayor extracción del colorante, probablemente este resultado sea contradictorio a la teoría de la desnaturalización térmica de la bixina y norbixina cuando la temperatura es más de 60 °C, a estas condiciones también hay pérdida de extracto del colorante por evaporación del solvente que significa disminución del volumen, por que comienza la saturación de moléculas internas dificultando en parte la extracción de colorante.

5.3 PROPUESTA DE EXTRACCIÓN DE COLORANTE

Es la determinación de una tecnología adecuada a menor costo, mayor eficiencia, mayor rentabilidad económica, esto acompañado con una técnica definida.

5.3.1 Pruebas de extracción múltiple

La extracción en una sola etapa no es usual en la industria, se prefiere las instalaciones en múltiples etapas, siendo mucho más sencilla la lixiviación en corriente cruzada, en este caso fue desarrollada 5 etapas para la determinación de porcentaje de rendimiento de colorante en la norbixina, observar en la figura 42.

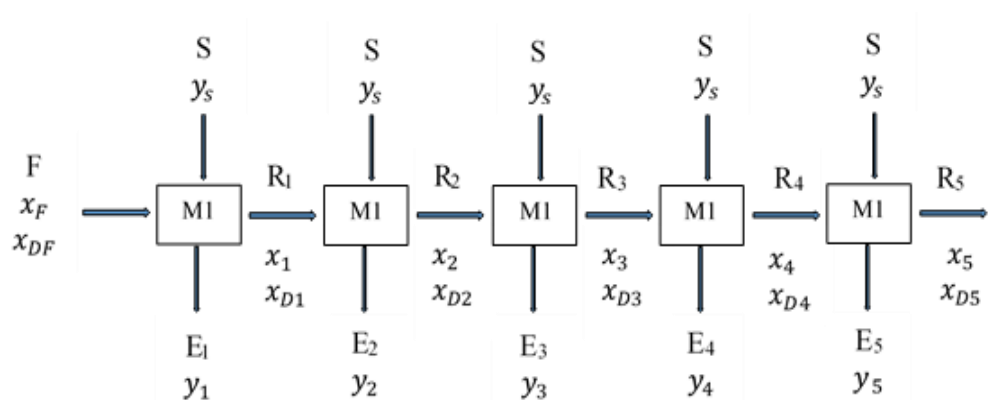


Figura 42. Esquema de lixiviación en corriente cruzada en cinco etapas
Fuente: Elaboración propia.

5.3.2 Evaluación balance de materia

En el balance de materia de la operación unitaria de lixiviación, para determinar factores de extracción de colorante de a partir de la semilla de achiote, se realiza tanto experimental y teórico y los datos generales son lo siguiente, se desarrolla los cálculos para una etapa como se observar en la figura 43.

Alimentación:

$$F = 10 \text{ g}$$

$$x_F = 0,071$$

Disolvente:

$$S_i = 100 \text{ mL}$$

$$S_i = 95,6 \text{ g}$$

$$y_{si} = 0,00$$

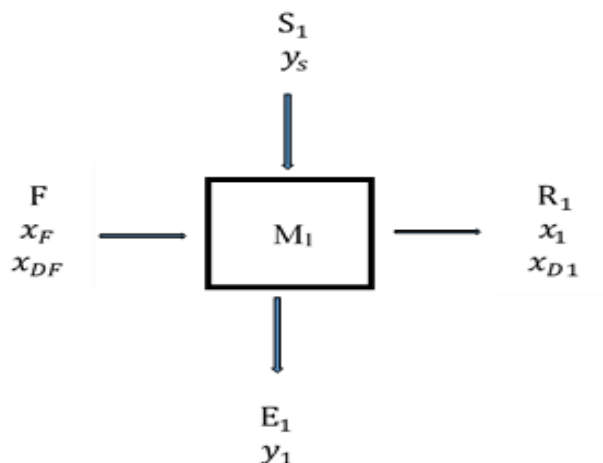


Figura 43. Esquema para balance de materia de primera etapa
Fuente: Elaboración propia.

Fracción másica de la norbixina en la semilla:

$$m_{\text{norbixina}} = V_{\text{Extracto}} * \text{concentracion} \quad (27)$$

$$m_{\text{norbixina}} = 479,7 \text{ mL} * \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} * 1,19 \frac{\text{g}}{\text{L}} = 0,57 \text{ g}$$

$$X_F = \frac{m_{N_x}}{m_T} = \frac{0,71}{10 \text{ g}} = 0,071$$

Donde:

X_F : Fracción masica de alimentacion

m_{N_x} : Masa de norbixina

m_T : Masa total de la semilla

a) Balance de materia Experimental

Fracción másica de norbixina en el extracto(y_i)

Los datos obtenidos experimentales son, extracto en volumen, extracto en peso, concentración es determinada a través de la absorbancia y la composición de fracción másica de la norbixina en el extracto, el desarrollo de las cinco etapas está representada en la tabla 27.

$$m_{\text{norbixina}} = V_{\text{Extracto}} * \text{concentracion}$$

$$m_{\text{norbixina}} = 92 \text{ mL} * \frac{1\text{L}}{1000 \text{ mL}} * 6,6335 \frac{\text{g}}{\text{L}} = 0,61028 \text{ g}$$

$$y_i = \frac{m_{\text{norbixina}}}{m_{\text{total extracto}}} \quad (28)$$

$$y_i = \frac{0,61028 \text{ g}}{84,7 \text{ g}} = 0,0072$$

Tabla 27. Datos de extracto para diferentes etapas de extracción

N° ETAPA	Extracto (mL)	Extracto (g)	Concentración (g/L)	Composición (y _i)
1	92	84,7	6,6335	0,0072
2	89	82,3	0,5725	0,0006
3	93	86,4	0,2145	0,0002
4	95	89,4	0,1388	0,0001
5	95	90,2	0,1244	0,0001

Fuente: Elaboración propia.

Fracción másica de norbixina en el residuo (x_i)

Los datos de residuo en peso y la composición de fracción másica de la norbixina en el residuo de las cinco etapas, para determinar se utiliza ecuación 10, con mayor detalle se representa en la tabla 28.

$$x_1 = \frac{F * x_F - E_1 * y_1}{R_1}$$

$$x_1 = \frac{(10 * 0,0710) - (84,7 * 0,0072)}{15,61} = 0,0064$$

Tabla 28. Datos de refino para diferentes etapas de extracción

N° ETAPA	Residuos (g)	composición (x_i^*)
1	15,61	0,0064
2	20,03	0,0024
3	23,11	0,0012
4	25,65	0,0006
5	27,31	0,0001

Fuente: Elaboración propia.

Donde:

(x_i^*): La fracción másica de residuo es calculada con la fórmula de balance materia.

Calculo de mezcla y fracción de norbixina en la mezcla

Se determina el cálculo de mezcla M_i al interior de la unidad de lixiviación, fracción de solubles en el estado de mezcla x_{Mi} , fue desarrollado para las cinco etapas como se observar a mayor detalle en la tabla 29.

Balance de materia global, para desarrollar se utiliza ecuación 9.

$$F + S_1 = M_1 = R_1 + E_1 + \text{Evaporacion}$$

$$F + S_1 = M_1 = R_1 + E_1 + 0$$

$$M_1 = F + S_1 = 10 + 95.6 = 105.6 \text{ g}$$

Balance de materia para la norbixina, para desarrollar se utiliza ecuación 12.

$$F_{XF} + S_{yS} = M_1 x_{M1} = R_1 x_1 + E_1 y_1$$

$$x_{M1} = \frac{F_{XF} + S_1 y_s}{M_1}$$

$$x_{M1} = \frac{10 * 0.071}{105.6} = 0.006723$$

Tabla 29. Datos de mezcla y fracción de solubles

N° ETAPA	M _i (g)	x _{Mi}
1	105,6	0,006723
2	111,21	0,000897
3	115,63	0,000422
4	118,71	0,000243
5	121,25	0,000129

Fuente: Elaboración propia

Porcentaje de rendimiento

Finalmente, se determina el porcentaje de recuperación total de la norbixina en los extractos recogidos en la extracción, el resultado experimental fue desarrollado para las cinco etapas, se desarrolla utilizando la ecuación 15, observar en la tabla 30.

$$\text{Extracion de norbixina} = \frac{\sum(E_i y_i - S_i y_s)}{F * x_F} * 100$$

$$\text{Extracion de norbixina} = \left(\frac{84,7 * 0,0072}{10 * 0,0710} \right) * 100 = 85,96 \%$$

Tabla 30. Porcentaje acumulado de la extracción múltiple experimental

N° ETAPA	Rendimiento (%)
1	85,96
2	93,13
3	95,94
4	97,80
5	99,46

Fuente: Elaboración propia

b) Balance de materia teórico

El balance de materia teórico utilizando la curva de equilibrio sólido – líquido, con las condiciones de operación de lixiviación, se realizó utilizando el programa Excel.

La alimentación de datos para este programa son la cantidad de matriz sólida (semilla de achiote), disolvente de solución acuosa de hidróxido de sodio y sus respectivas composiciones dadas en fracciones másicas del residuo y extracto.

Solución retenida no constante

El sistema de lixiviación en las que la SR/I se comporta de forma variable, vale decir que no tiene un valor constante, significa aumento de humedad en la semilla por la acumulación de disolvente alterando el balance de materia, se puede interpretar en la figura 44.

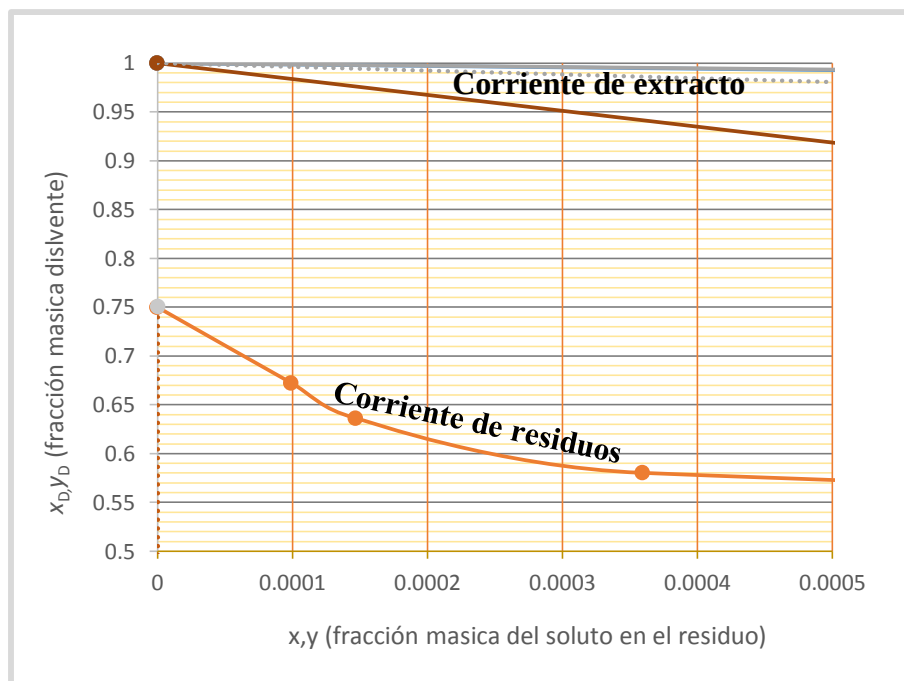


Figura 44. Esquema de solución retenida no constante
Fuente: Elaboración propia.

Determinación k

El valor k variable, la corriente de residuo adquiere una forma de curvatura por que trata de una solución retenida no constante, teniendo en cuenta la composición en el extracto en función a la solución retenida por unidad de insoluble (y_i vs K_i), observar en la tabla 31.

$$K = \frac{SR}{I} \quad (29)$$

$$K = \frac{15,61 - 8,4}{8,4} = 0,85$$

Tabla 31. Datos de balance materia teórico en solución retenida no constante

Nº ETAPA	Residuos (g)	constante K_i	composición (y_i)
1	15,61	0,8583	0,0072
2	20,03	1,3845	0,0006
3	23,11	1,7512	0,0002
4	25,65	2,0536	0,0001
5	27,31	2,2512	0,0001

Fuente: Elaboración propia.

Determinación x_j vs x_{Dj} :

La función de corriente de residuos se puede determinar a través de la gráfica de x_j vs x_{Dj} en el diagrama triangular, en la gráfica corriente de residuo genera una curva, observar en la tabla 32.

$$x_j = \frac{y_i * k_i}{1 + k_i} \quad (30)$$

$$x_j = \frac{0,00721 * 0,8583}{1 + 0,8583} = 0,0033$$

$$x_{Di} = \frac{(1 - y_i)k_i}{1 + k_i} \quad (31)$$

$$x_{Dj} = \frac{(1 - 0,00721) * 0,8583}{1 + 0,8583} = 0,4586$$

Tabla 32. Datos para determina el corriente de residuo

N° ETAPA	x_j	x_{Dj}
1	0,0033	0,4586
2	0,0004	0,5803
3	0,0001	0,6364
4	0,0001	0,6724
5	0,0001	0,6923

Fuente: Elaboración propia

Donde:

x_j : Fracción másica del disolvente

x_{Dj} : Fracción másica del soluto en el residuo

Las ecuaciones de balance de materia se resuelven incorporando la información del diagrama triangular de lixiviación; por lo tanto, hacer uso de diagrama se requiere efectuar la siguiente secuencia de cálculos.

Calculo de mezcla y fracción de norbixina en la mezcla

Se determina el cálculo de mezcla M_i al interior de la unidad de lixiviación, fracción de norbixina en el estado de mezcla x_{Mi} , fue desarrollado para las cinco etapas, observar a mayor detalle en la tabla 33, en la figura 45.

Balance de materia global

$$M_1 = F + S_1$$

$$M_1 = 10 \text{ g} + 95,6 \text{ g} = 105,6 \text{ g}$$

Balance de materia de norbixina

$$x_{M1} = \frac{F x_F + S_1 y_s}{M_1}$$

$$x_{M1} = \frac{10 * 0,071 + 0}{105,6} = 0,0067$$

Tabla 33. Datos de mezcla y fracción de soluble

Nº ETAPAS	M_i	x_{Mi}
1	105,60	0,0067235
2	109,31	0,0004173
3	112,58	0,0000403
4	111,77	0,0000043
5	111,21	0,0000005

Fuente: Elaboración propia

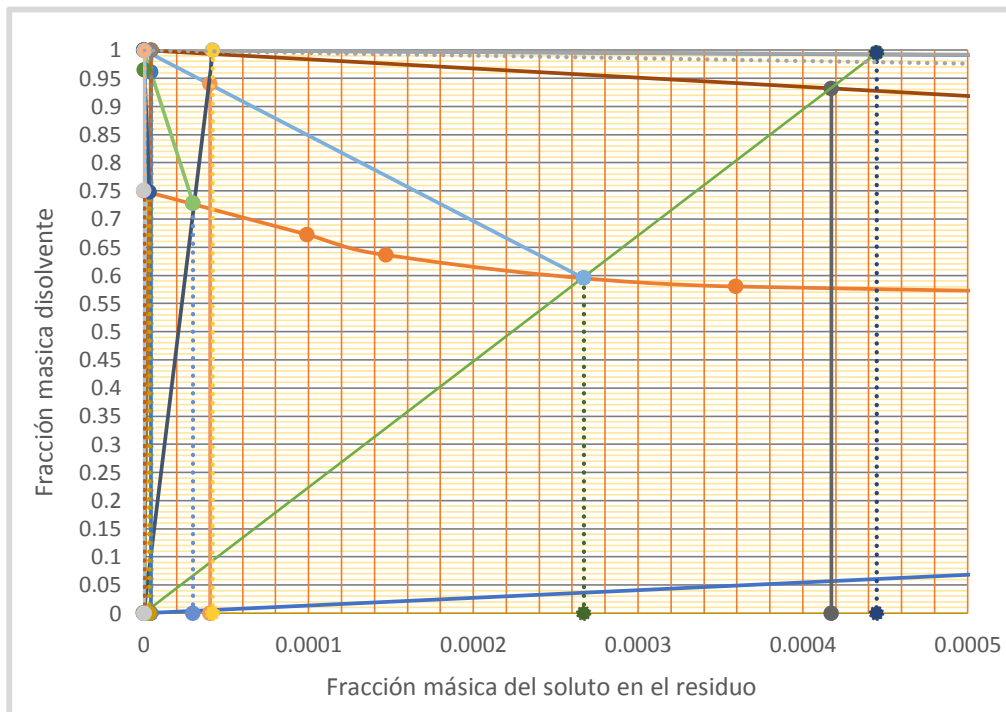


Figura 45. Grafica de lixiviación x_j vs x_{Dj} para determinar composición.

Fuente: Elaboración propia

Fracción másica de norbixina en el residuo y extracto

A través de la gráfica se obtiene las composiciones teóricas de extracto y refino para las cinco etapas desarrolladas, observar en la tabla 34.

Lectura del gráfico:

$$y_1 = 0,00723$$

$$x_1 = 0,0033$$

Tabla 34. Resultados de la gráfica composición de extracto y refino

Nº ETAPAS	y_i	x_i
1	0,0073	0,0033
2	0,001035	0,000592
3	0,00061	0,000355
4	0,00034	0,000208
5	0,000169	0,000112

Fuente: Elaboración propia

Calculo extracto y residuo

Determinar la cantidad de extracto y residuo a través de la ecuación de balance de materia, para las cinco etapas desarrolladas se utiliza la ecuación 13 y 14, observar en la tabla 35.

$$E_1 = M_i * \left(\frac{x_{Mi} - x_i}{y_i - x_i} \right)$$

$$E_1 = 105,6 * \left(\frac{0,0067 - 0,0033}{0,0073 - 0,0033} \right) = 91 \text{ g}$$

$$R_1 = M_1 - E_1$$

$$R_1 = 105,6 \text{ g} - 91 \text{ g} = 13,70 \text{ g}$$

Tabla 35.*Datos de extracto y residuo calculado teóricamente*

N° ETAPAS	Residuo (g)	Extracto (g)
1	13,7077	91,8923
2	16,9831	92,3246
3	16,1664	96,4167
4	15,6142	96,1522
5	26,3966	84,8176

Fuente: Elaboración propia

Porcentaje de rendimiento

Finalmente, se determina el porcentaje de recuperación total, el resultado teórico fue desarrollado para las cinco etapas utilizando la ecuación 15, observar en la tabla 36.

$$\text{Rendimiento de norbixina} = \left(\frac{\sum (E_i Y_i - S_i Y_s)}{F * X_F} \right) * 100$$

$$\text{Rendimiento de norbixina} = \left(\frac{91,89 * 0,00723}{10 * 0,071} \right) * 100 = 93,574 \%$$

Tabla 36.*Porcentaje de acumulación de la extracción múltiple*

N° ETAPAS	Rendimiento (%)
1	93,574
2	99,361
3	99,931
4	99,992
5	99,998

Fuente: Elaboración propia

Porcentaje de error

Es la variación de resultados experimentales con respecto a resultados teóricos determinando un margen de error mínimo, se observa en la tabla 37.

$$\% E = \frac{V_T - V_E}{V_E} * 100 \quad (32)$$

$$\% E = \frac{93,57 - 85,96}{93,57} * 100$$

$$E = 8,14 \%$$

Donde:

V_T : valor teórico de la extracción

V_E : valor experimental de la extracción

E: porcentaje de error

Tabla 37. *Porcentaje de error en la extracción múltiple experimental*

Nº ETAPA	Teoría (%)	Experimental (%)	Error (%)
1	93,57	85,96	8,14
2	99,36	93,13	6,27
3	99,93	95,94	3,99
4	99,99	97,80	2,19
5	100,00	99,46	0,53

Fuente: Elaboración propia

5.3.3 Propuesta técnica

Selección

La selección consiste en la eliminación de las impurezas, residuos de paja, piedra entre otros que puede contener la semilla obteniendo semilla clasificadas.

Lixiviación

Es la extracción por difusión convectiva de la norbixina de a partir de la semilla de achiote, a través de una marmita con agitación mecánica, es la tecnología de extracción a nivel planta piloto para desarrollar las condiciones óptimas, solución acuosa de hidróxido de sodio al 0,50 % (peo/volumen), temperatura de 40 °C, por un período de 15 minutos, con una velocidad de agitación de 150 rpm, con una relación semilla- solvente de 1:10 (peso/volumen). La unidad de extracción consta de tres etapas y su posterior filtrado.

Acidificación

Consiste en agregar el ácido sulfúrico H_2SO_4 en la solución al 10 % hasta llegar a un pH de 2,6. Para provocar la precipitación del colorante, donde se observa una sedimentación y suspensión líquida, antes de filtrar se separa la fase diluida para facilitar el trabajo de filtración.

Filtración

La filtración consiste en la separación del colorante como torta ácida de norbixina sobre el medio filtrante. Considerando a nivel planta piloto se puede utilizar el filtro prensa.

Lavado

La torta de norbixina se somete al lavado con agua destilada para eliminar la solución ácida. Finalmente se obtiene como torta lavada. Identificando el agua que ha sido utilizado en el proceso de lavado represente pH neutro. Para garantizar la industrialización del colorante de norbixina.

Secado

Es la eliminación del contenido de agua líquida de la torta en forma de vapor de agua a través de una tecnología de secador por bandejas flujo transversal, es recomendable que esta temperatura no exceda los 60 °C, hasta alcanzar un contenido de humedad del 8,97 % ya que, a temperaturas mayores, el colorante se degrada reduciendo el rendimiento de la norbixina.

Molienda

Consiste en reducción de tamaño de partícula de acuerdo a la necesidad, utilizando para el caso un molino de disco.

Envasado

Para el caso de envasado es necesario utilizar envases de vidrio ámbar o sobre de polietileno que evita la penetración de rayos solares, humedad, olores, calor, oxidación del medio ambiente.

En el diagrama de flujo, para la cuantificación de norbixina de la propuesta tecnológica, observar en la figura 46.

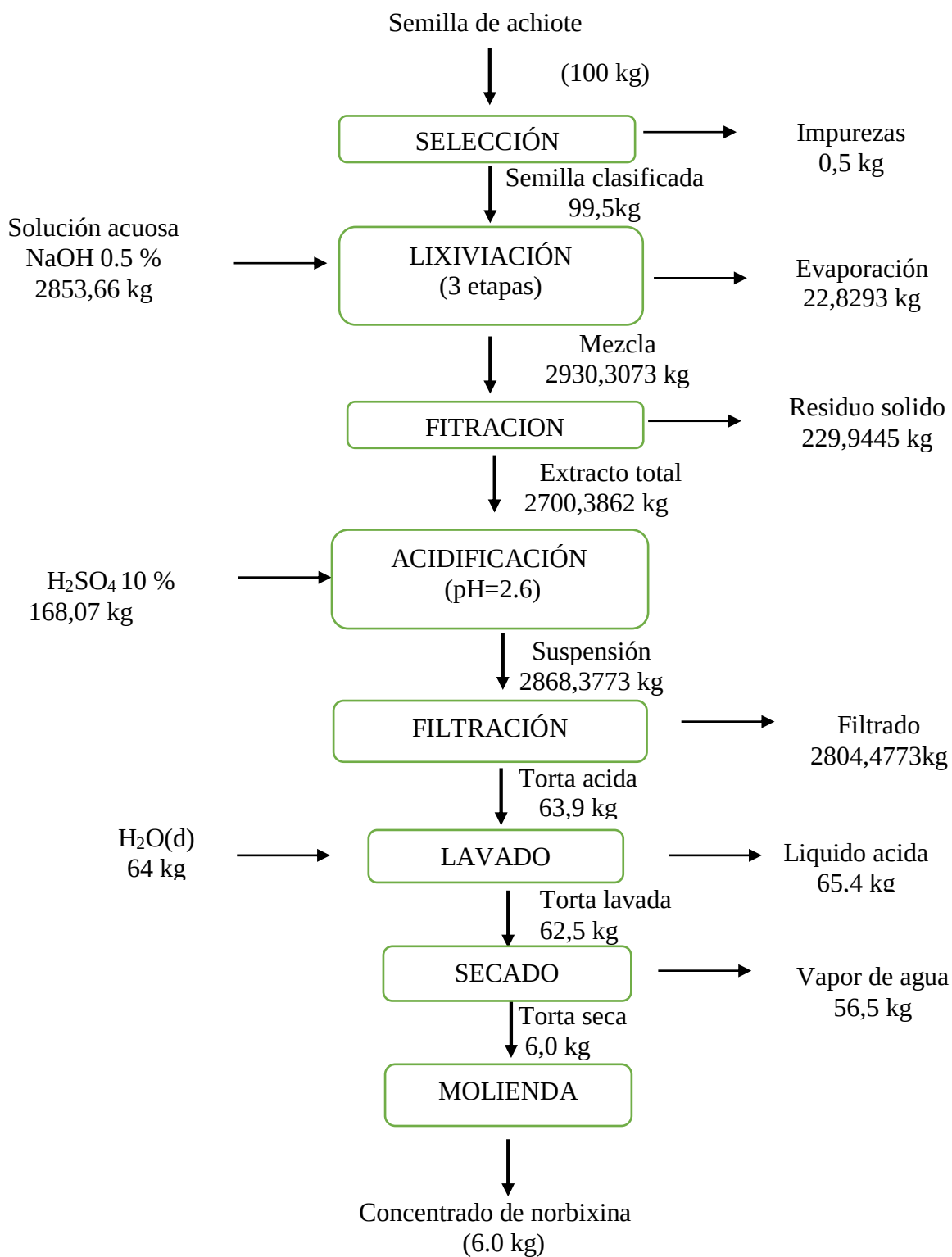


Figura 46.Diagrama de flujo, para la cuantificación de norbixina de la propuesta tecnológica

La propuesta tecnológica para la extracción eficiente de norbixina de a partir de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*), desarrollada para una base de 100 kg de semilla, consiste en un proceso que involucra las operaciones unitarias que permite obtener 6,0 kg de concentrado norbixina por cada lote de producción.

Rendimiento norbixina en polvo de a partir de las semillas

Se determina con un rendimiento medio de producción 6,0 % de concentrado a partir de las semillas de achiote de la variedad colorada.

$$R_N = \frac{m_N}{m_S} * 100 \quad (33)$$

$$R_{\text{norbixina}} = \frac{15,21 \text{ g}}{253,5 \text{ g}} * 100 = 6,0 \%$$

Datos:

R_N : Rendimiento de norbixina concentrado en relación de la semilla de achiote

m_N : Peso de norbixina en polvo concentrado

m_S : Peso de semilla de achiote seleccionada

La cantidad de semilla utilizada es 100 kg de semilla, para obtener concentrado de norbixina de 6 kg por cada lote de producción, se determina utilizando regla de tres simples.

$$m_{\text{norbixina}} = \frac{(100 \text{ kg}) * (15,21 \text{ g})}{253 \text{ g}} = 6,01185 \text{ kg} = 6,02 \text{ kg}$$

Diseño del equipo principal (lixiviación)

El equipo principal es el tanque de lixiviación con marmita acoplado a La agitación mecánicos para que adquiera un movimiento circulatorio en el interior de un recipiente generando difusión convectiva, considerando los parámetros de mayor importancia en la lixiviación, observar con mayor detalle en la figura 47.

Dimensionamiento del tanque extractor

- Cantidad de semilla de achote : 100 kg/tanque
- Densidad aparente de la semilla de achiote 0.6 g/mL
- RPM = 150 (de aquí obtengo N), $N = 150/60 = 2,5$

$$N = 150 \frac{\text{revoluciones}}{\text{minuto}} * \frac{1 \text{minuot}}{60 \text{ segundos}} = 2,5 \frac{1}{s}$$

$$\rho_{\text{aparente}} = 0,6 \frac{\text{g}}{\text{ml}} * \frac{1 \text{ kg}}{1000 \text{ g}} * \frac{1000 \text{ mL}}{\text{L}} * \frac{1000 \text{ L}}{1 \text{m}^3} = 600 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

Volumen del tanque

Se determina a través de la relación de 1:10 (peso/volumen) entre semilla de achiote y la solución acuosa de hidróxido de sodio, que significa para 100 kg de semilla se requiere 1000 L/dia de solución.

Altura del tanque (H)

Teniendo en cuenta las consideraciones especificaciones geométricas para tanques agitados se tiene las siguientes relaciones $H_t/D_t = 1,0$ esto significa que el altura y el diámetro del tanque son iguales $H_T = D_T$.

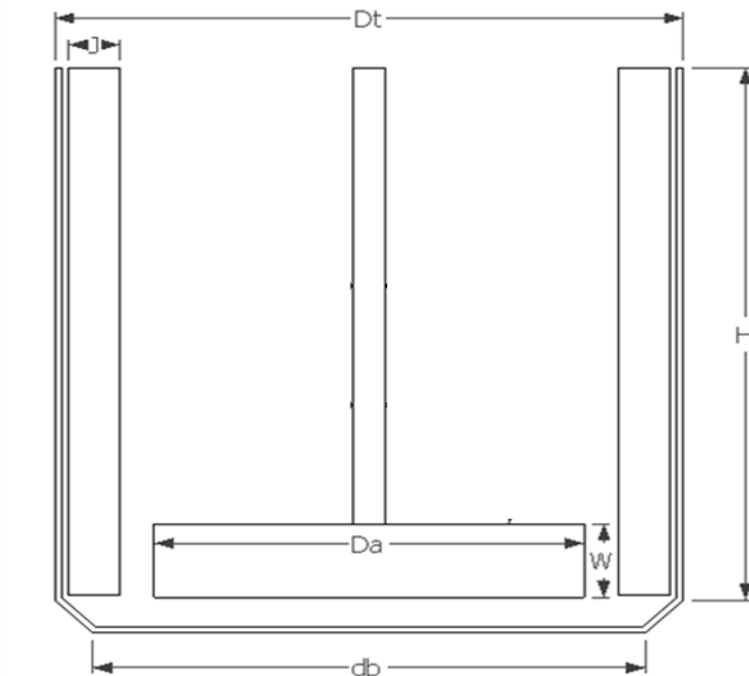


Figura 47. Tanque de lixiviación para 100 kg/lote
Fuente: Elaboración propia.

- Para la sección cilíndrica

$$V = 1000 \frac{L}{\text{lote}} + (0.25) * (1000) = 1250 \frac{L}{\text{dia}} * \frac{1m^3}{1000 L} = 1,25 m^3$$

$$H_T = D_T = \sqrt[3]{\frac{V_t * 4}{\pi}} \quad (34)$$

$$H_T = D_T = \sqrt[3]{\frac{1,25 * 4}{\pi}} = 1,16 m$$

- Para la sección cónica

$$db = D_t - 2h, \quad y \quad h = 0,1 m$$

$$db = 1,16 \text{ m} - 2(0,1 \text{ m}) = 0,96 \text{ m}$$

$$V_{\text{cono}} = \frac{1}{3} * \pi * h * (Dt^2 + db^2 + Dt * db) \quad (35)$$

$$V_{\text{cono}} = \frac{1}{3} * \pi * (0,1 \text{ m}) * ((1,16 \text{ m})^2 + (0,96 \text{ m})^2 + (1,16 \text{ m}) * (0,96 \text{ m}))$$

$$V_{\text{cono}} = 0,35 \text{ m}^3 * \left(\frac{1000 \text{ L}}{1 \text{ m}^3} \right) = 350 \frac{\text{L}}{\text{lote}}$$

Volumen total

El volumen del tanque, está conformado por dos partes como el volumen del cilindro más el volumen de la sección cónica, este último es considerado en el diseño por que cumple la función de evitar la sedimentación de la semilla.

$$V_T = V_{\text{cilindro}} + V_{\text{cono}} \quad (36)$$

$$V_T = 1,25 \text{ m}^3 + 0,35 \text{ m}^3 = 1,6 \text{ m}^3 * \left(\frac{1000 \text{ L}}{1 \text{ m}^3} \right) = 1600 \frac{\text{L}}{\text{lote}}$$

Hallando ancho deflectores (J)

Las placas deflectoras tiene la función específica de evitar el vórtice durante la agitación mecánica, teniendo en cuenta las especificaciones geométricas para tanques agitados se considera, el ancho de placas deflectores es el dúo décima parte del diámetro del agitador como se observa en la siguiente ecuación.

$$\frac{J}{D_t} = \frac{1}{12} \quad (37)$$

$$J = \frac{D_t}{12} = \frac{1,16 \text{ m}}{12} = 0,097 \text{ m}$$

Altura del agitador (Ha)

Teniendo en cuenta las especificaciones geométricas para tanques agitados se considera, la altura de agitador es la mita de altura del tanque como determina la siguiente ecuación.

$$\frac{H_a}{H_t} = \frac{1}{2} \quad (38)$$

$$H_a = \frac{1,16 \text{ m}}{2} = 0,58 \text{ m}$$

Diámetros del agitador (D_a)

Teniendo en cuenta las especificaciones geométricas para tanques agitados se considera entre (60 % - 80 %) del D_T, tomado un valor medio se desarrolla con 70 % en lo siguiente.

$$D_a = 0,7 * (D_T) \quad (39)$$

$$D_a = 0,7 * (1,16 \text{ m}) = 0,81 \text{ m}$$

Ancho del agitador (w)

Teniendo en cuenta las especificaciones geométricas para tanques agitados se considera que el ancho de agitador es la quinta parte del diámetro de agitador como se observa en la siguiente ecuación.

$$W = \frac{D_a}{5} \quad (40)$$

$$W = \frac{D_a}{5} = \frac{0,81 \text{ m}}{5} = 0,16 \text{ m}$$

Cálculo de la potencia requerida por el motor del agitador

- La temperatura media de agitación es 40 °C para la lixiviación
- La relación semilla: Solución acuosa de NaOH al 0,5 %; es de 1:10 (peso/volumen)
- La viscosidad de agua se considera para 40 °C según cengel es $0,653 * 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m} \cdot \text{s}}$ es con margen de seguridad al 25 %
- la densidad de la solución se tomó del agua por bajo contenido de concentración de la solución acuosa de hidróxido de sodio, la densidad es $\rho_{\text{solucion}} = 992,1 * \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$
- La evaluación de la densidad de la mezcla se hizo de acuerdo a la composición de semilla y solución.

Mayor información de obtención de densidad y viscosidad de agua en el anexo 12.

$$\text{Masa de la mezcla} = 100 \text{ kg} + 1000 \text{ kg} = 1100 \text{ kg}$$

$$\text{Fraccion masica de la semilla}(X_{\text{semilla}}) = \frac{100 \text{ kg}}{1000 \text{ kg}} = 0,091$$

$$\text{Fraccion masica de la semilla}(X_{\text{solucion}}) = \frac{1000 \text{ kg}}{1100 \text{ kg}} = 0,91$$

Densidad de la mezcla

$$\rho_{\text{mezcla}} = \rho_{\text{semilla}} * X_{\text{semilla}} + \rho_{\text{solucion}} * X_{\text{solucion}} \quad (41)$$

$$\rho_{\text{mezcla}} = \left(600 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}\right)(0,091) + \left(992,1 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}\right)(0,91) = 957,411 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

Cálculo de número de Reynolds

El número de Reynolds es una expresión adimensional que permite caracterizar el movimiento de un fluido. Relaciona densidad, viscosidad, velocidad y la dimensión típica de un flujo. La presencia o ausencia de turbulencia en un fluido que se agita se puede relacionar con un número de Reynolds.

Datos:

$$\mu = 0,653 * 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m} * \text{s}}$$

$$\rho = 957,411 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3}$$

$$D_a = 0,81 \text{ m}$$

$$N = 2,5 \frac{1}{\text{s}}$$

$$N_{\text{Re}} = \frac{(D_a)^2 * \rho * N}{\mu} \quad (42)$$

$$N_{\text{Re}} = \frac{(0,81\text{m})^2 * 957,411 \frac{\text{kg}}{\text{m}^3} * 2,5 \frac{1}{\text{s}}}{0,653 * 10^{-3} \frac{\text{kg}}{\text{m} * \text{s}}} = 2404890,341$$

Donde:

N : velocidad de rotación [rps]

D_a: diámetro del agitador [m]

ρ : densidad del fluido [kg/m³]

μ : viscosidad [Pa · s]

Cálculo del número de potencia

Gráficamente con las relaciones geométricas estandarizadas, para tanques agitados son:

$$\frac{D_a}{W} = \frac{0,81 \text{ m}}{0,16 \text{ m}} = 5,0625; \quad \frac{D_t}{J} = \frac{1,16 \text{ m}}{0,097 \text{ m}} = 11,96$$

Con estos datos en la gráfica de numero de Reynolds, con placas deflectoras, se elige la curva N° 01; la cual hacemos intersecar con nuestro número de Reynolds ($2,4 * 10^5$), se obtenemos el valor de $N_p = 7,0$.

Cálculo de la potencia

Empleando la ecuación de potencias para fluidos newtonianos en tanques agitados, con placas deflectoras, el efecto de la gravedad es mínimo y el número de Froude no tiene influencia, por lo que la ecuación es:

$$P_o = K * (N_{Re})^a \quad (43)$$

$$P_o = 7 * (2,4 * 10^5)^0 = 7 \text{ hp}$$

Para flujos turbulentos $a = 0$ y el número de potencia es independiente del número de Reynolds. Para el cálculo de la potencia se hace uso de gráficos como la del anexo 10.

Potencia neta requerida

Aumentamos un 25 % de margen de seguridad de la potencia calculada

$$P_{\text{neta}} = P_o + (0,25) * (P_o)$$

$$P_{\text{neta}} = 7 \text{ h} + (0,25) * (7) = 8,75 \text{ hp} \cong 9 \text{ hp}$$

Comercialmente existen motores de 8 y 9 hp; por lo que elegiremos el de 9 hp para mover los agitadores de los tanques extractores.

El tanque será hecho de planchas de acero inoxidable del tipo AISI 304 (calidad alimentaria) con un espesor de 2 mm. Algunas de las características adicionales de los tanques se muestran en la tabla 38.

Tabla 38. *Características básicas de los equipos principales para 100 kg/lote de producción*

Equipo principales	Cantidad	Características de equipos
Tanque para almacenar NaOH	1	$V = 2750 \frac{\text{L}}{\text{día}}; \frac{H_T}{D_T} = 1,0; D_T = H_T = 1,52 \text{ m}$
Tanque para almacenar H ₂ SO ₄ al 10%	1	$V = 168,075 \frac{\text{L}}{\text{día}}; \frac{H_T}{D_T} = 1,0; D_T = H_T = 1,65 \text{ m}$
		$V = 1250 \frac{\text{L}}{\text{cilindro}}; \frac{H_T}{D_T} = 1,0; D_T = H_T = 1,16 \text{ m}$
		$V = 350 \frac{\text{L}}{\text{conico}}; h = 0,1 \text{ m}; db = 0,96 \text{ m}$
		$H_a = 0,58 \text{ m}; D_a = 0,81 \text{ m}; W = 0,16 \text{ m}; 150 \text{ rpm}$
Tanque de agitación con paleta	1	$V_{\text{Total}} = 1600 \frac{\text{L}}{\text{lote}}$
Tanque de presentación	1	$V = 3716,6575 \frac{\text{L}}{\text{h}}; \frac{H_T}{D_T} = 1,0; D_T = H_T = 1,68 \text{ m}$
Motor para velocidad de agitación	1	velocidad 150 rpm se necesita un motor de 9 hp

Fuente: Elaboración propia.

CONCLUSIONES

La investigación se desarrolló utilizando la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) de la variedad colorada, concluyéndose:

1. Las características fisicoquímicas evaluadas fueron; color anaranjado intenso, forma piramidal, apariencia grano pequeño, humedad 8,84 %, ceniza 4,4 %, fibra bruta 17,02 %, proteína 14,78 %, grasa 4,15 %, carbohidratos 50,81 %.
2. Los parámetros evaluados que tienen relevancia en la extracción del colorante de las semillas de achiote, con los que se obtuvieron rendimientos favorables fueron: tipo de solvente adecuado es solución acuosa de NaOH siendo la concentración adecuada de 0,50 % (peso/volumen), tiempo de contacto 15 minutos, velocidad de agitación 150 rpm, relación de semilla solvente 1/10 mL (peso/volumen) y la temperatura es de 40 °C, porcentaje de rendimiento 95,94 %
3. La propuesta tecnológica para la extracción eficiente del colorante de a partir de la semilla de achiote (*Bixa orrellana L.*) desarrollada para una base de 100 kg de semilla de achiote, consiste en un proceso que involucra las operaciones unitarias de selección, lixiviación, filtración, acidificación, filtración, lavado, secado y molienda que permite obtener 6,0 kg de concentrado de norbixina.

RECOMENDACIONES

1. La semilla de achiote agotada (residual) por lixiviación arroja componentes nutricionales como: (proteína 14,78 %; fibra bruta 17,02 %; carbohidratos 50,81 %; ceniza 4,4 %; grasa 4,15 %) lo que nos indica que pueden ser usados en trabajos de investigación como en la formulación de alimentos balanceados.
2. El Gobierno Regional de Ayacucho junto con el Ministerio de Agricultura debe evaluar la ejecución de planes de negocios agroindustriales en la producción del cultivo achiote; para fomentar una mayor producción de las semillas y su industrialización para la exportación de norbixina como colorante natural.
3. Realizar los ensayos a mayor escala con la finalidad de relacionar con los resultados obtenidos a nivel de laboratorio, y plantear el escalamiento a nivel de planta piloto en el proceso de extracción de la norbixina, Asimismo estos ensayos se deben realizar como mínimo con tres repeticiones con la finalidad de minimizar los errores sistemáticos y aleatorios.

BIBLIOGRAFÍA

Textos especializados

Agreda, M. (2009). *Evaluación de seis métodos para la extracción de ácido carmínico obtenida a partir de cochinilla (Dactylopius coccus costa)*. Guatemala: Tesis de la Universidad de San Carlos.

Arias, A. (2011). *Fundamento y aplicaciones de transferencia de masa*. Perú: 1ra edición. Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.

Arones, E. (2007). *Curso de actualización en ingeniería química de Transferencia de masa*. Perú : 1ra edición Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.

Fernandez, K., & Fernandez, J. (2015). *Extracción alcalina de la norbixina a partir de la semilla de achiote (Bixa Orellana L.) y su aplicación en la elaboración de salchicha huachana*. Perú: Tesis de Universidad Católica de Santa María.

Gonzales, A. (1992). *Folia amazónica vol. n° 4(1) – colección y mantenimiento de germoplasma de achiote (Bixa Orellana L.) en la amazonia peruana*. Perú: Instituto de Investigaciones de la Amazonia Peruana.

Huarco, D. (2012). *Determinación de la digestibilidad aparente de la semilla despigmentada de achiote (Bixa Orellana L.) en el cuy (cavia porcellus l.) INIA-EEA, ANTA*. Perú: Tesis de Universidad Nacional de San Antonio Abad de Cusco.

Huerta, L., & Ostos, R. (2014). *Estudio de pre factibilidad de una empresa productora y comercializadora de bixina dirigido al mercado de Japón*. Lima: Tesis de Pontificia Universidad Católica del Perú.

- Ibrahim, P. (2007). *Métodos de extracción y caracterización de bixina y norbixina en semillas de urucum d (Bixa Orellana L.)*. Brasil: Tesis post Grado Universidad Federal de Vicosa.
- Martinez, H. (2015). *Técnica de análisis espectrofotométrica de antocianinas en materias primas de la región de Ayacucho*. Perú: Universidad Nacional de San Cristóbal de Huamanga.
- Medina, L. (2015). *Determinación de parámetros óptimos en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado” (zea mays l.) de la variedad inia 615 – negro Canaán,.* Peru: Universidad Nacional San cristobal de Huamanga.
- Molina , K. (2017). *Uso de disoluciones de Bixa Orellana L. (achiote) como revelador natural de placa dental frente a revelador convencional estandarizado*. Ecuador: Tesis de Universidad Central.
- Mora, C. (2014). *Utilización de harina de achiote (Bixa Orellana L.)*. Tesis de la Universidad Técnica de Machala.
- Payes, E. (2017). *Obtención y caracterización fisicoquímica del extracto colorante del achiote (Bixa Orellana L.)*. Guatemala: Tesis de la Universidad de San Carlos.
- Reyes, Z. (2015). *Extracion y evaluacion de colorante natural de achiote (Bixa Orellana L.) como sustituto del colorante e-102 amarillono. 5 (tartracina) en la elaboracion de un yogurt*. Guatemala: Tesis de Universidad San Carlos.

Vazquez, M. (2005). *Obtención y evaluación de rendimientos en la extracción de colorante bixina mediante tratamiento enzimático a partir de semillas de achiote (Bixa orellana L.)*. Mexico: Tesis Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

Pagina de internet

Torres, L. (01 de Diciembre de 2015). *La Asociación de Exportadores (ADEX) y Promperú* . Obtenido de <https://gestion.pe/economia/adex-promperu-colorantes-naturales-peruanos-son-daninos-salud-106418>.

S/A. (s.f.). *Introduccion Teorica, Fundamentos de Espectrofotometria*. Obtenido de [file:///G:/Guia_TP_2_Quimica_II_2010%20\(2\).pdf](file:///G:/Guia_TP_2_Quimica_II_2010%20(2).pdf).

Republica, C. (25 de julio de 2018). *Ley de creación del distrito de Anchiuay*. Obtenido de https://es.wikipedia.org/wiki/Distrito_de_Anchiuay.

Artículos y revistas

Ayala, C., Castillo, E., Alfaro, K., & Aspiros, E. d. (2016). *Obtaining a natural dye from Bixa orellana L. (Bixaceae) seeds as an alternative for cosmetic use*. Arnaldoa 23 (1): 149 - 158, 2016 ISSN: 1815-8242 (edición impresa) ISSN: 2413-3299 (online edition), 153-155.

Camacaro, J., Gómez, J., Jiménez, M., Vega, C., & Manganiello, L. (2018). *Un colorante liposoluble de semillas de Onoto (Bixa Orellana L.) como insumo para la industria alimentaria*. Revista Ingeniería UC, 291-306.

Cardarelli, C. R., Benassi, M. d., & Mercadante, A. Z. (2017). *Characterization of different annatto extracts based on antioxidant and*. EL SEVIER ScienceDirect, 1690-1692.

- Devia, J., & Saldarriaga, L. (2003). *Planta piloto para obtener colorante de la semilla del achiote (Bixa orellana)*. REVISTA Universidad EAFIT, 8-22.
- Garcia, Y., Nuñez, M., Rodriguez, J., Borrego, I., & Cruz, L. (2010). *Efecto de los parámetros en la extracción alcalina de colorante de bija. parte II*. Instituto de Investigaciones para la Industria Alimentaria, Instituto Superior Politécnico José Antonio Echeverría, La Habana, 27-28.
- Narváez, E., & Mena, C. (2015). *Aislamiento y caracterización por espectroscopia visible e infrarroja del colorante del achiote (Bixa orellana L.)*. INFOANALÍTICA Pontificia Universidad Católica del Ecuador, 59-61.
- Rodrigues, L., Alcazar-Alay, S., Petenate, A., & Meireles, M. A. (2014). *Bixin extraction from defatted annatto seeds*. ELSEVIER Comptes Rendus Chimie, 268–283.
- Taham, T., Cabral, F., & Barrozo, M. (2015). *Extraction of bixin from annatto seeds using combined technologies*. El SEVIER The Journal of Supercritical Fluids, 1-9.

ANEXO

Anexo 1.
Matriz de consistencia

TÍTULO DE LA TESIS EVALUACIÓN DE LOS PARÁMETROS DE EXTRACCIÓN DEL COLORANTE A PARTIR DE LAS SEMILLAS DE ACHIOTE (<i>Bixa orellana</i> L.).				AUTOR: Quispe Ticllasuca, Santos Fredy ASESOR: Ing. Alfredo, Arias Jara
PROBLEMAS	OBJETIVOS	HIPOTESIS	VARIABLES E INDICADORES	DISEÑO METODOLÓGICO
1) Problema principal ¿Están establecidos y definidos los parámetros de extracción que influyen significativamente en la extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) a fin de producir eficientemente el colorante natural? 2) Problemas secundarios ¿Se conoce la caracterización de la semilla de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) a utilizarse en la extracción del colorante por lixiviación? ¿Están definidos los parámetros de mayor importancia que influyen en la lixiviación del colorante a partir de las semillas de achiote? ¿Se tiene la formulación del proceso de extracción eficiente del colorante natural a partir del achiote?	1) Objetivo principal Evaluar los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) para la producción eficiente del colorante natural. 2) Objetivo específicos Caracterizar las semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) para los fines de la extracción por lixiviación. Determinar los parámetros de mayor importancia para la extracción eficiente del colorante a partir de las semillas de achiote. Formular el proceso de extracción eficiente del colorante natural a partir del achiote.	1) Hipótesis general La evaluación apropiada de los parámetros de extracción del colorante a partir de las semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) permitirá la producción eficiente del colorante natural. 2) Hipótesis específicos La caracterización apropiada de las semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) garantizaría una mayor eficiencia en la extracción del colorante por lixiviación. Los parámetros de mayor importancia apropiadamente establecidos en la lixiviación permitirán la extracción eficiente del colorante de la semilla de achiote. La definición del proceso de extracción del colorante natural a partir del achiote permitiría obtener un mayor rendimiento.	1) Variable independiente e indicadores. Variable independiente X = Semillas de achiote (<i>Bixa orellana</i> L.) Indicadores X₁ = Características de la semilla. X₂ = Contenido de colorante. X₃ = Calidad de semilla. 2) Variable dependiente e indicadores Variable dependiente Y = Parámetros de extracción del colorante. Indicadores Y₁ = Factores de la operación unitaria de lixiviación Y₂ = Equilibrio sólido líquido Y₃ = Eficiencia de extracción del colorante natural	Tipo de investigación Aplicada Nivel de investigación Explicativo o experimental Método Descriptivo, comparativo Diseño Experimental progresivo por objetivos. Población La población está conformada por las diversas variedades de semillas de achiote procedente de centro poblado de villa unión Muestra La muestra seleccionada para la presente investigación es de tipo cuarteo Técnica Análisis instrumental (espectrofotometría visible). Instrumentos Equipos y materiales de laboratorio. Reactivos e insumos químicos. Materiales de escritorio

Anexo 2.

Fórmula para determinación de norbixina y bixina

La fórmula para determinar cuantificación de bixina y norbixina de diferentes autores

FÓRMULA DE DIFERENTES AUTORES	SIGNIFICACIÓN
Fernández, k.; Fernández, J.; (2015). <i>Extracción alcalina de la norbixina a partir de la semilla de achiote (Bixa Orellana) y su aplicación en la elaboración de salchicha huachana</i>. Perú tesis de universidad católica de Santa María. $\% \text{Norbixina}_{(\text{Extracto colorante})} = \frac{(\text{ABS}_{452.5\text{nm}}) * (100)}{B * C * K}$	ABS: Es la absorbancia medida a una longitud de onda de 452,5 nm. B: Es el diámetro del tubo en cm (1 mL) C: Es la concentración en mL/Lt de la Solución mencionada anteriormente para preparar la muestra. K: Coeficiente de extinción en Lt/ g – cm
Barboza G., (1998). <i>Obtención de concentrado de Norbixina de semilla de achiote</i>. Tesis de Universidad Nacional San Cristóbal de Huamanga. $\%N = A(480) * \frac{1}{E_{cm}^{1\%}} * \frac{1}{b} * \frac{100}{w_s} V(I) \text{solucion} * \frac{V_2 \text{delucio}}{V_1 \text{solucion}}$ LUEGO: %BIXINA = % NORBIXINA* 1.037	A: absorbancia de la solución colorante a 480 nm $E_{cm}^{1\%}$: coeficiente de extinción de una solución al 1% de norbixina b: espesor de la celda(cm) Ws : peso de la semilla(g) V (1) solución: volumen en extracto alcalino (litros) V 1 solución: volumen de la pequeña muestra de extracto (mL) V 2 dilución: volumen al cual V 1 es diluido para examen espectrofotométrico (mL)
Días, A.; Tavares, L.; Ataíde, C.; Barrozo, M.;(2001). <i>Extracción mecánica de la Bixina en lecho de chorro</i>. Universidad Federal de Uberianda de Brasil. $\% \text{bixina} = \frac{OD_{482\text{nm}} * D}{2870}$ $D = \frac{\text{vol. del 1er Balon} * \text{vol del 2do. balon}}{\text{masa la muestra} * \text{vol. alícuota de 1ra dilucion}}$	0.2<densidad óptica o absorbancia (OD) <0.8 ABS: Absorbancia a una longitud de onda máxima = 482 nm a 0.5 % de NAOH $E_{cm}^{1\%} = 2870$: Coeficiente de extensión molar o coeficiente de absortividad
Medina, L. (2015). <i>Determinación de parámetros óptimos en la extracción de sólidos solubles de la coronta de maíz morado" (zea mays l.) de la variedad inia 615 – negro</i>	E_i: Cantidad de extracto obtenido en (mL) Y_i: Fraccion masica de solidos solubles en el extracto x_p: Fraccion masica de solidos solubles en la alimentacion

<i>Canaán</i>, Peru: Universidad Nacional San cristobal de Huamanga. $\% \text{Norbixina} = \frac{E_i * Y_i}{x_F * F} * 100$	F: Cantidad de alimentacion en gramos
Juárez, O.;(2005). <i>Caracterização, extração e purificação por cromatografia de compostos de urucum (bixa orellana l.)</i>. Brasil, Universidade Federal de Santa Catarina Centro Tecnológico $X = \frac{A * V}{E_{cm}^{1\%} * m} * \frac{1 * V_i}{d_c * d_i}$	X: % de bixina (g/ 100 g de muestra) m: la masa de la muestra (g) V: volumen inicial de extracción (mL) Vi: volumen de dilución (mL) Di: volumen de alícuota para dilución (mL) A: absorbancia para cumplimiento de longitud de onda de 482 nm $E_{cm}^{1\%}$: coeficiente de absortividad (2870) dc: longitud óptica de la celda (1,0 cm) Para convertir el resultado obtenido en porcentual de bixina, multiplica con un factor 1,076

Anexo 3. Caracterización física de la semilla de achiote

Granulométrica

La granulometría, es la distribución por tamaños de las partículas de una muestra sólida. Para conocer la distribución de tamaños de las partículas que componen una muestra se separan estos mediante tamices.

De los distintos métodos existentes para realizar el análisis granulométrico, quizá el más utilizado sea la tamización con tamices acoplados en cascada. Para realizarlo se coloca un juego de tamices en cascada, es decir, ordenados de arriba abajo por orden decreciente de luz o abertura de malla. El producto a analizar se añade sobre el primer tamiz, es decir aquel de abertura de malla mayor y se somete el conjunto a un movimiento vibratorio.

- Efectuar la limpieza de los tamices.
- Ordenar los tamices Tyler en orden ascendente, de tal forma que el tamiz de abertura de malla más gruesa quede en la parte superior.
- Depositar la materia prima de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*) en el tamiz de mayor abertura
- Zarandear el sistema durante un tiempo de 30 minutos para que cada tamiz deje de pasar todos los finos que le corresponden según su abertura.
- Pesar posteriormente los tamices conjuntamente con la cantidad de sólidos retenidos
- Escoger la cantidad acumulada en gran cantidad de un determinado de malla para procedimiento experimental de la tesis como muestra selecciona.

Se realizó los cálculos respectivos utilizando las ecuaciones tales como:

$$Dp_i = \frac{Dp_i + Dp_{i-1}}{2}$$

$$Fr_i = \frac{m_i}{m_T}$$

$$Fra_i = Fra_i + Fra_{i-1} + \dots + Fra_1$$

$$Dp(*) = fr_i * Dp_i$$

$$Dp = \sum_{i=1}^n fr_i * Dp_i$$

Donde:

Dp_i	:	Diámetro promedio ($i = 1, 2, 3 \dots, 10$).
mm	:	Milímetros (unidad de medida de longitud).
Fr_i	:	Fracción retenida ($i = 1, 2, 3 \dots, 10$).
Fr_a	:	Fracción retenida acumulada.
% Fr_a	:	Porcentaje de la fracción retenida acumulada.
$Dp (*)$	:	Diámetro promedio de la partícula en cada tamiz.
Dp	:	Diámetro promedio global del tamaño de la partícula.

Densidad aparente

- En una balanza analítica calibrada se determina peso de semilla de achiote (*Bixa orellana* L.)
- Limpiar la probeta y secar cuidadosamente. Agregar semilla de achiote en la probeta y verificar su volumen aparente.
- A través de la formula se determina la densidad aparente de la semilla de achiote (*Bixa orellana* L.)

$$\rho_a = \frac{m}{V_a}$$

Donde:

ρ_a : Densidad aparente de la semilla de achiote (g/mL)

m: Masa de la semilla de achiote (g)

V_a : Volumen aparente de la semilla de achiote (mL)

Densidad real

- En una balanza analítica calibrada se determina peso de semilla de achiote (*Bixa orellana L.*)
- Limpiar la probeta y secar cuidadosamente, introducir la semilla de achiote en la probeta y verificar su volumen aparente, que es considerado como volumen inicial.
- Seguidamente agregar agua destilada en la probeta conteniendo la muestra y anotar el volumen desplazado por el agua considerado como volumen final.
- Calcular la diferencia entre el volumen inicial y el volumen final para determina densidad real neta de la semilla de achiote (*Bixa orellana L.*)

$$\rho_R = \frac{m}{V_f - V_i}$$

Donde:

ρ_R : Densidad real neta de la semilla de achiote (g/mL)

m: Masa de la semilla de achiote (g)

V_i : Volumen inicial sin desplazamiento de agua (mL)

V_f : Volumen final de después de agregar agua (mL)

Porosidad

La porosidad son los espacios vacíos generados al momento de medir el volumen aparente y volumen real, se determina a través de una ecuación donde la unidad es restada por densidad aparente por densidad real, se observa en la siguiente ecuación

$$\varepsilon = \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_R}\right) * 100$$

Donde:

ε : Porosidad de la semilla de achiote

ρ_a : Densidad aparente del colorante en g/mL

ρ_R : Densidad real del colorante en g/mL

Anexo 4.

Caracterización química de la semilla de achiote

Humedad por método de estufa

- Pesar exactamente entre 10 gramos de muestra en placas Petri o lunas de reloj completamente limpias y secas. Anotar el peso (P_1) de la muestra.
- Introducir el conjunto en la estufa y regular la temperatura de 92°C por un tiempo de 3 horas, hasta obtener peso constante.
- Retirar las placas o lunas de reloj con las muestras secas, colocarlas en el desecador para que se enfríe.
- Pesar, anotar el peso final (P_2) de la muestra seca.

$$\% \text{ humedad (base humeda)} = \frac{P_1 - P_2}{P_1} * 100$$

Donde:

P_1 : Peso inicial de la muestra, en gramos

P_2 : Peso de la muestra seca, en gramos

Ceniza total por método incineración directa

- Colocar un crisol en la mufla a 600°C durante una hora, luego retirar del horno al desecador para que se enfríe. Pesar lo más pronto posible para prevenir la adsorción de humedad del medio, usando pinzas de metal (M_1).
- Pesar exactamente entre 4.5 a 5 gramos de muestra (M_2) en el crisol previamente acondicionado en la etapa anterior.
- Carbonizar las muestras contenidas en el crisol, sobre una cocina eléctrica o mechero Bunsen, ayudado de una pinza.
- Cuando la muestra está carbonizada totalmente llevar con la ayuda de una pinza a la mufla y gradualmente elevar la temperatura hasta 600° C y mantenerlo durante 5 horas.
- Desconectar la mufla transcurrido el tiempo y dejar que permanezca la muestra en la mufla con el crisol hasta que enfríe, aproximadamente una hora.

- Colocar el crisol con la ceniza en el desecador para que se enfríe y luego pesar (M_3).
- Guarde la muestra de ceniza para el caso que se deseen realizar determinaciones de minerales posteriormente.

$$\% \text{Ceniza} = \frac{M_3 - M_1}{M_2} * 100$$

Donde:

M_1 : Peso del crisol vacío, en gramos

M_2 : peso de la muestra, en gramos

M_3 : peso del crisol más ceniza, en gramos

Grasas totales por solvente caliente

- Tomar el número de los matraces a utilizar y poner a secar en una estufa a 110°C por una hora.
- Sacar los matraces y enfriar en un desecador.
- Pesar exactamente entre 3 g. de muestra deshidratada, empaquetarla en un papel filtro Whatman N° 2 o en un cartucho y colocarlo en el cuerpo de Soxhlet.
- Agregar el solvente (n-hexano) en el cuerpo de Soxhlet hasta que una parte del mismo sea sifoneado hacia el matraz.
- Conectar la fuente de calor, y una vez que el solvente empieza el ciclo, la velocidad de goteo del solvente debe ser de 30 a 40 gotas por minuto. El proceso dura 3 horas.
- Cumplida las tres horas hasta que ya no se observe que el color del solvente sugiera aún la presencia de grasa, sacar el matraz momentos antes que este sea sifoneado nuevamente desde el cuerpo.
- Evaporar el solvente remanente en el matraz en la estufa a 80° C, enfriar en una campana que contenga sustancias deshidratantes y pesar.

$$\% \text{grasa total} = \frac{P_1 - P_2}{P_3} * 100$$

Donde:

P₁: Peso del balón más grasa

P₂: Peso del balón vacío

P₃: Peso de la muestra

Proteína total por método de micro Kjeldahl

Digestión

- Pesar 3 gramos de muestra (bien triturada y molida) por duplicado en papel de pesar, envolver cuidadosamente e introducir en el matraz Kjeldahl. Esto se hace con la finalidad de que la muestra a analizar no se impregne en las paredes del matraz.
- Agregar 1,25 gramos de catalizador de oxidación (CuSO₄ y K₂SO₄) para acelerar la reacción, el sulfato de potasio sirve para elevar el punto de ebullición. Limpiar con un poco de agua destilada el cuello del balón de digestión, agregar 2,5 mL. de ácido sulfúrico concentrado y colocar el balón en la cocina de digestión.
- Digerir un blanco que tenga todo el reactivo menos la muestra, con el fin de corrección. La temperatura de digestión debe oscilar entre 360 a 410° C.
- Si se presenta espuma agregar un antiespumante. Primero se enfría el matraz y se adiciona ácido esteárico como antiespumante, ya que este por lo general hace disminuir la tensión superficial
- Se observará de inmediato que la muestra se carboniza y hay desprendimiento de gases blancos de CO₂ (color negro – signo de carbonización).
- Se dará por terminada la digestión cuando el líquido tome una coloración blanca lechosa. Esto ocurrirá en más o menos de dos a tres horas. Luego retirar los balones de la cocina de digestión.

Destilación

- Primero se calienta el destilador Marckman o de Parnas, hasta que el agua hierva por unos minutos en el condensador y salga vapor de agua.
- Colocar un vaso de precipitado de 250 mL en el extremo del tubo de salida del destilador, conteniendo exactamente 20 mL de solución de ácido bórico al 4 % con el indicador (indicador mixto o indicador Tashiro). La salida del tubo debe estar sumergida

en el ácido bórico con la finalidad de que el amoníaco no se evapore y sea atrapado completamente.

- Trasvasar el contenido del balón digestor al destilador realizando un lavado al balón con 5 a 10 mL de agua destilada y luego agregar 5 ml de la solución de NaOH al 80 % con bastante cuidado, hasta que haya cambio de color (terroso) y cerrar la válvula (en la copa debe quedar una pequeña cantidad de NaOH).
- Seguidamente tapar y llenar con agua destilada hasta 1/3 de la boquilla de entrada del condensador.
- La destilación termina cuando hay aproximadamente 100 mL en el vaso donde se recepcionó el destilado.
- A medida que la solución digerida reacciona con el NaOH al 40 % el ácido bórico conteniendo el indicador virará de un morado a un verde cristalino (indicador Tashiro) y vira de rojo a verde (indicador mixto).

Titulación

- El destilado (100 mL) titular con HCL 0,05 N ó ácido sulfúrico 0,025 N hasta que la solución vire de un color verde a un color gris azulado (Indicador Tashiro) o vire de verde a azul (Indicador Mixto).
- Anotar el gasto de ácido (usado en la titulación) de la muestra y del blanco, por diferencia hallar el gasto real en la titulación de la muestra.

$$\%N_2 = \frac{\text{mlHCL} * N * \text{miliequiv. de } N_2}{M} * 100$$

Donde:

mL HCl : Gasto real (gasto de la muestra menos gasto del blanco)

N : Normalidad del HCl

Miliequiv. De N₂ : Mili equivalente del nitrógeno (0,014)

M : Peso de la muestra, en gramos.

$$\% \text{ Proteínas} = \% \text{ Nitrógeno} \times \text{Factor}$$

Las proteínas en productos alimenticios contienen aproximadamente 16 % de nitrógeno. Entonces el factor será de 6,25.

La leche contiene aproximadamente 15,68 % de nitrógeno como promedio. Por lo tanto, el factor que a utilizar será 6,38.

Fibras totales de digestión ácida-alkalina

Digestión ácida

- Pesar 3 - 20 gramos de muestra seca desengrasada (depende del contenido de fibra bruta) en un Erlenmeyer de 500 mL.
- Agregar 200 mL de solución de ácido sulfúrico al 1,25 % y unas gotas de un antiespumante, someter a ebullición durante 30 minutos, retirar el Erlenmeyer conteniendo la muestra del equipo de extracción de fibra. Evitar que la muestra pase al cuello del matraz.
- Filtrar en un papel filtro y lavar con agua destilada caliente hasta neutralizar la acidez, probar con el papel indicador.

Digestión alcalina

- Pasar con cuidado la muestra lavada al matraz de 500 mL y agregar 200 mL de solución de NaOH al 1,25 % y unas gotas de antiespumante.
- Llevar a ebullición durante 30 minutos.
- Filtrar en un papel filtro previamente pesado (P_1) y lavar con agua destilada caliente hasta neutralizar la basicidad, probar el pH.
- Luego se lava con 10 mL de alcohol etílico y 10 mL de éter etílico para eliminar residuos de grasa.
- El papel filtro con el residuo se pasa a un crisol de porcelana previamente pesado y se seca en estufa a 105°C durante 1 hora.
- Retirar de la estufa y enfriar en un desecador.
- Pesar con exactitud el papel filtro con el residuo seco. (P_2)

Incineración

- Después de una incineración previa con una cocina eléctrica o mechero Bunsen al residuo seco con el papel filtro, incinerar en la mufla a una temperatura de 600 – 700° C durante 1 hora.
- Después de haberse calcinado y enfriado, es decir ya eliminado toda la materia orgánica, se procede a pesar las cenizas con el crisol, luego por diferencia se obtiene el peso de las cenizas (P₃).

$$\% \text{ Fibra bruta} = \frac{(P_1 - P_2) - P_3}{M} * 100$$

Donde:

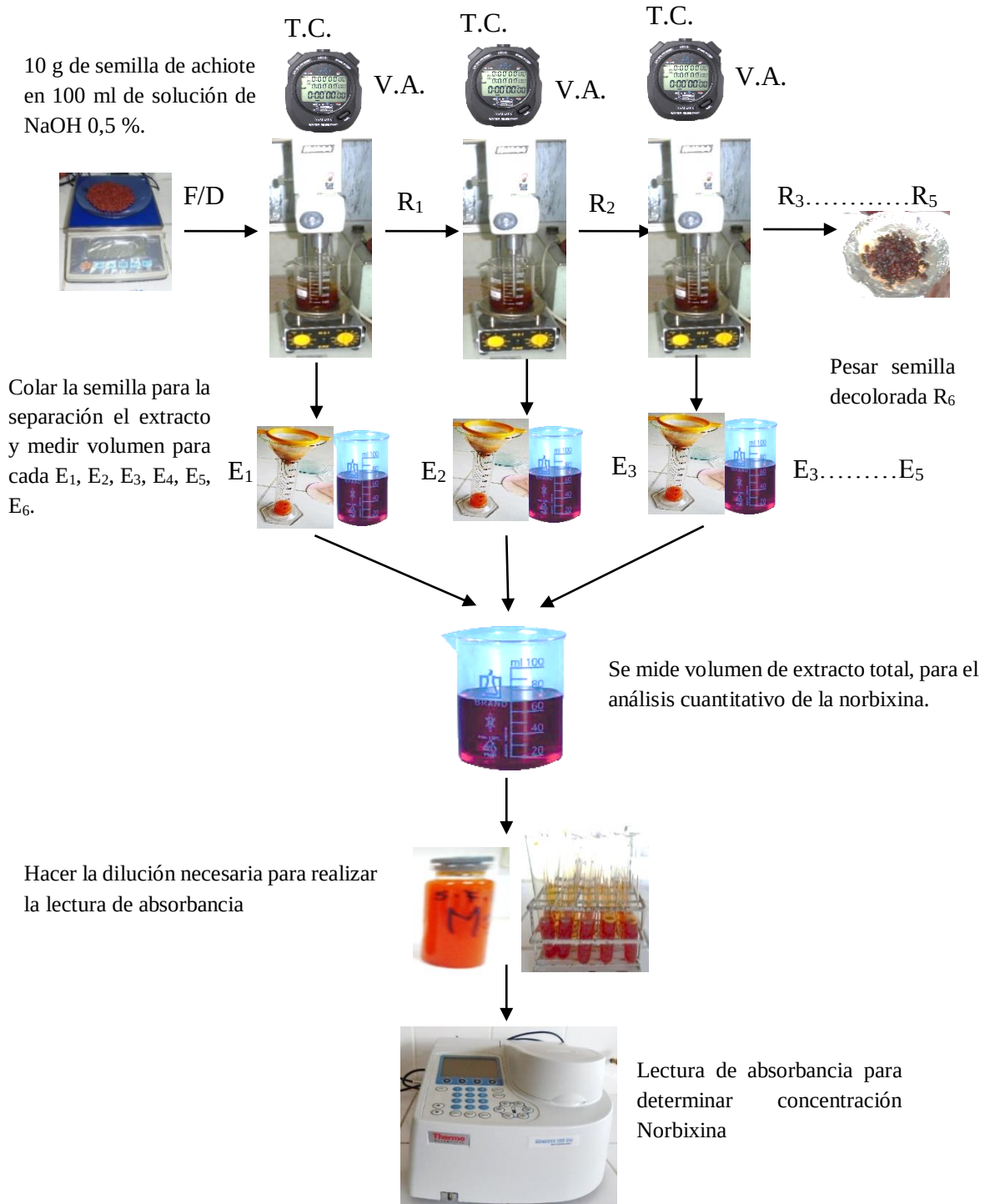
P₁: Peso de residuo seco más papel filtro, en gramos

P₂: Peso del papel filtro seco, en gramos

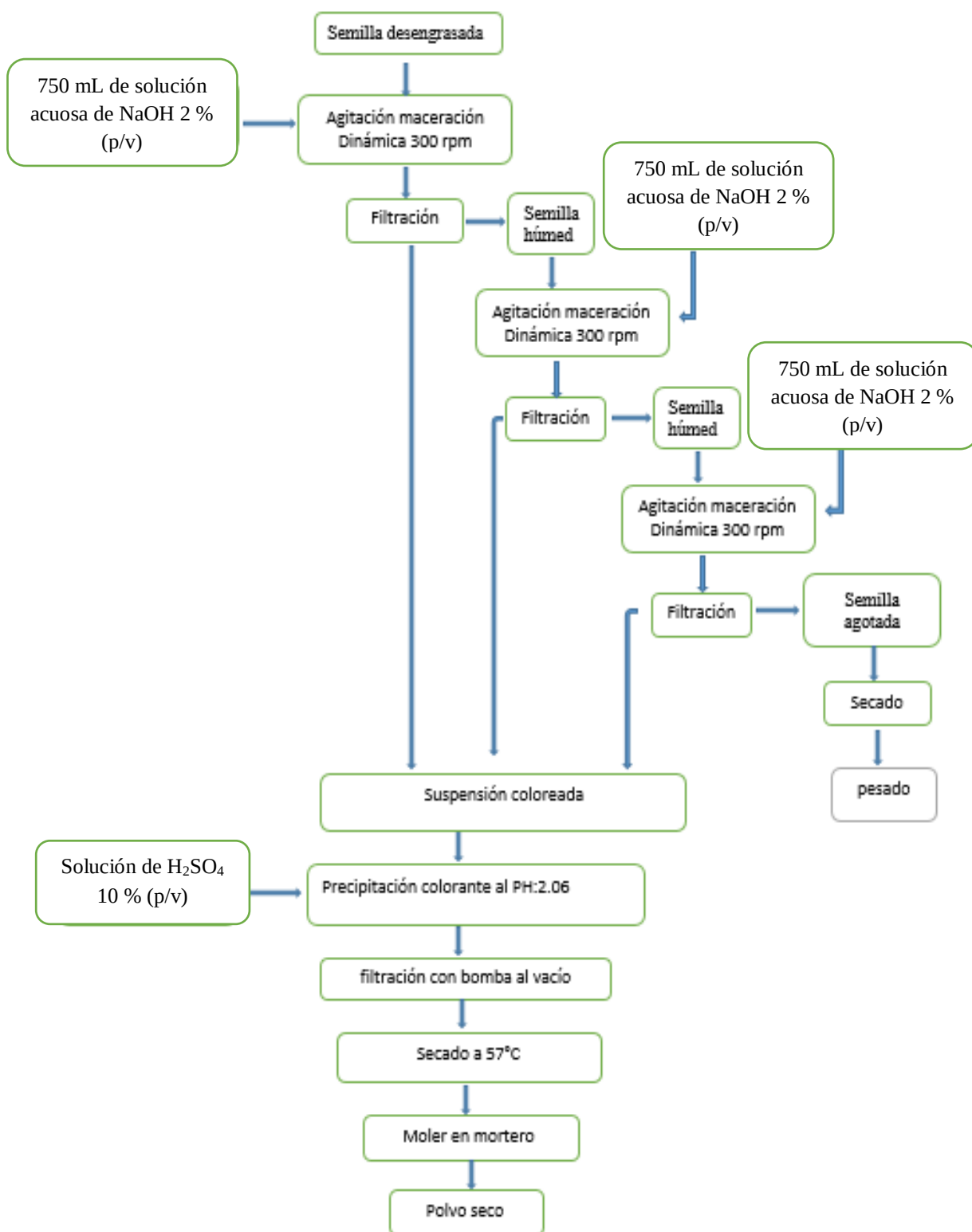
P₃: Peso de las cenizas, en gramos

M: Peso de la muestra, en gramos

Anexo 5. Determinación de la norbixina



Anexo 6. Obtención de norbixina concentrado en polvo



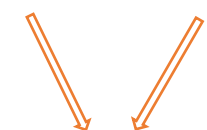
Anexo 7. Evaluación del espectro de absorción



10mL



Solución de
NaOH 0.1N



Tomar una alícuota de
10 mL y enraizar en una
fiola de 100 mL



Dilución necesaria y
probar las lecturas a
diferentes



Se realiza las lecturas de
absorbancia a diferentes
longitudes de onda longitudes
ondas, en los picos I, II, III.
Correspondientes

Anexo 8. Curva estándar de absorbancia para la norbixina

El porcentaje de humedad de polvo fino que es 8.97 %, en un tiempo 12 minutos, temperatura 95°C, a través de determinador de humedad.

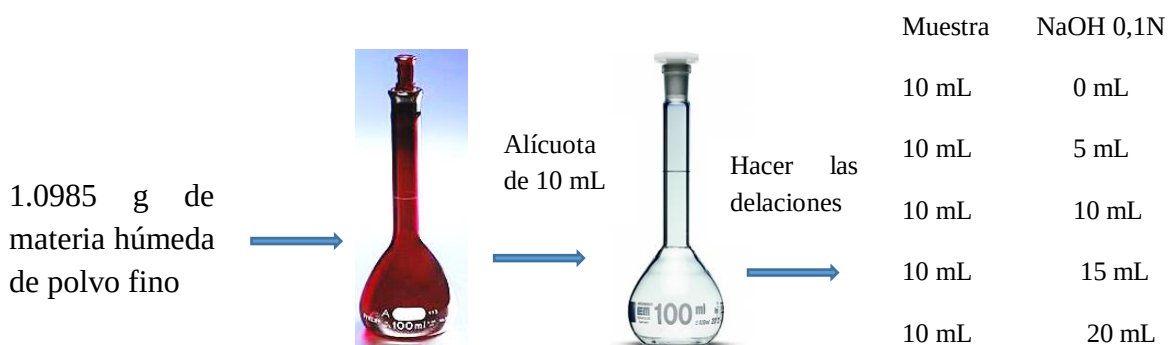
$$SP = 1g = \text{solido seco}$$

$$SP = M * (1 - X_M)$$

$$M = \frac{SP}{(1 - X_M)} = \frac{1}{(1 - 0.0897)} = 1.0985 \text{ g materia húmeda}$$

$$C = \frac{m}{v} = \frac{1g}{100ml} * \frac{1000 \text{ ml}}{1L} = 10 \frac{g}{L}$$

$$C_I * V_I = C_F * V_F$$



Anexo 9.
Cálculos de lixiviación de tres etapas a nivel planta piloto

Datos de alimentación para escalamiento a nivel planta piloto

$$F = 10 \text{ g}$$

$$F = 99,5 \text{ kg}$$

$$S = 95,6 \text{ g}$$

$$S = 951,22 \text{ kg}$$

Determina el cálculo de mezcla M_1

$$F + S = M = R + E$$

$$M_1 = 99,5 \text{ kg} + 951,22 \text{ kg}$$

$$M_1 = 1050,72 \text{ kg}$$

Determina el cálculo de residuo R_1

$$R_1 = \frac{1050,72 \text{ kg} * 15,61 \text{ kg}}{105,6 \text{ g}}$$

$$R_1 = 155,32 \text{ kg}$$

Determina el cálculo de residuo E_1

$$E_1 = \frac{1050,72 \text{ kg} * 84,7 \text{ kg}}{105,6 \text{ g}}$$

$$E_1 = 842,77 \text{ kg}$$

Primera etapa

Datos de laboratorio

$$M_1 = 105,6 \text{ g}$$

Datos de planta piloto

$$M_1 = 1050,72 \text{ kg}$$

$$R_1 = 15,61 \text{ g}$$

$$R_1 = 155,32 \text{ kg}$$

$$E_1 = 84,7 \text{ g}$$

$$E_1 = 842,77 \text{ kg}$$

Segunda etapa

Datos de laboratorio

Datos de planta piloto

$$M_2 = 111,21 \text{ g}$$

$$M_2 = 1106,54 \text{ kg}$$

$$R_2 = 20,03 \text{ g}$$

$$R_2 = 199,29 \text{ kg}$$

$$E_2 = 82,3 \text{ g}$$

$$E_2 = 818,89 \text{ kg}$$

Tercera etapa

Datos de laboratorio

Datos de planta piloto

$$M_3 = 115,63 \text{ g}$$

$$M_3 = 1150,52 \text{ kg}$$

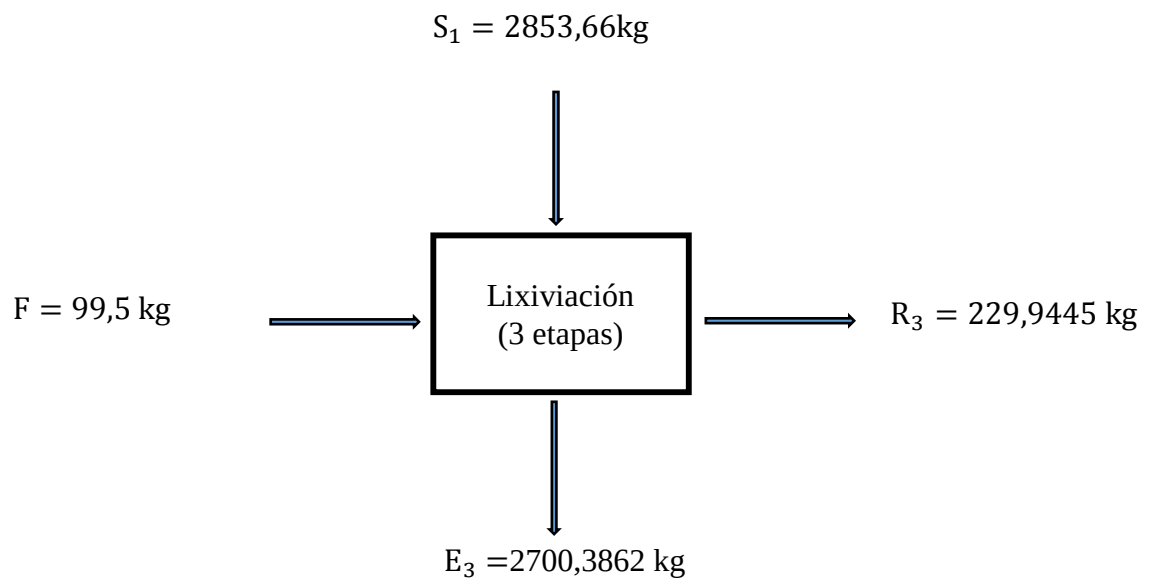
$$R_3 = 23,11 \text{ g}$$

$$R_3 = 229,94 \text{ kg}$$

$$E_3 = 86,4 \text{ g}$$

$$E_3 = 859,68 \text{ kg}$$

Esquema de lixiviación



Anexo 10. Cálculo de equipos principales a nivel planta piloto

Agitadores de líquidos de viscosidad baja o intermedia

Agitadores de pala

- Son frecuentes de 2 y 4 palas, a veces inclinadas, siempre verticales.
- Velocidades bajas o moderadas; 20 – 200 rpm.
- Da aprox. 50 – 75 % Dt.
- Tipo de flujo radial y tangencial.
- Adecuados para mezclas sencillas; líquidos miscibles, disoluciones de sólidos.
- Para líquidos más viscosos; agitadores de rejas y agitadores de palas de varios brazos.

Dimensiones estándar para un sistema de agitación

Razón geométrica		Intervalo	Valores estándar		
			Turbina 6 palas	Turbina 3 palas	
Tanque	Ht/Dt	1 - 3	1	1	1
Diámetro					
Agitador	Da/Dt	1/4 - 2/3	1/3	1/3	3/10
Profundidad	Ha/Dt	1/4 - 1/2	1/3	1/3	1/3
	Ha/Da	3/4 - 1	1	1	1
Agitador	L/Da		1/4	1/4	1/4
	W/Da		1/4	1/4	1/4
	J/Da	1	1	1	1
Placa deflectora	J/Dt	1/12 – 1/10	1/10	1/10	1/10

Tanque de preparación de la solución acuosa de NaOH

La preparación de la cantidad requerida de solución acuosa hidróxido de sodio al 0,5 % (peso/volumen) para 100 kg/día de semilla de achiote se requiere 1000 L/día por que la relación es 1:10 (peso/volumen) para lo cual se determina las dimensiones del tanque través de los cálculos.

$$\text{Semillas} = 100 \frac{\text{kg}}{\text{dia}}$$

$$V = \frac{\pi * Dt^2 * Ht}{4}$$

$$V = 1000 \frac{\text{L}}{\text{dia}} * (3) + (0.25) * 3000 \text{ L} = 2750 \frac{\text{L}}{\text{dia}} * \frac{1 \text{ m}^3}{1000 \text{ L}} = 2,75 \text{ m}^3$$

$$D_T = H_T = \sqrt[3]{\frac{Vt * 4}{\pi}} = \sqrt[3]{\frac{2,75 \text{ m}^3 * 4}{\pi}} = 1,52 \text{ m}$$

Tanque de preparación de H₂SO₄ al 10 %

Para determinar la cantidad requerida de solución ácido sulfúrico al 10 % se necesita determinar la cantidad de hidróxido de sodio en gramos, requerido para preparar la solución acuosa de hidróxido de sodio 0,5 % (peso/volumen), de a partir de ello se determina la cantidad de ácido sulfúrico por estequiometria y determinar su volumen necesaria.

$$m_{\text{NaOH}} = \frac{0,5}{100} * 2853,66 \text{ kg} = 14,2683 \text{ kg}$$



$$14,2683 \text{ kg} \quad \quad \quad \text{X}$$

$$2 * 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}} \quad \quad \quad 98 \frac{\text{g}}{\text{mol}}$$

$$m_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 14,2683 \text{ kg} * \left(\frac{98 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{2 * 40 \frac{\text{g}}{\text{mol}}} \right) * \left(\frac{1000 \text{ g}}{1 \text{ kg}} \right) = 17150 \text{ g}$$

$$V = \frac{m}{\rho} = \frac{17150 \text{ g}}{1,25 \frac{\text{g}}{\text{mL}}} * \frac{1 \text{ L}}{1000 \text{ mL}} = 13,72 \text{ L}$$

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Teniendo el volumen requerido que es de 13,72 L/día para preparación de ácido sulfúrico al 10 %, se desarrolla los cálculos correspondiente para determinar las dimensiones del tanque.

$$V_2 = \frac{98 * 13,72 \text{ L}}{10} = 134,456 \text{ L}$$

$$V = 134,46 \frac{\text{L}}{\text{dia}} + (0.25) * (134,46) = 168,075 \frac{\text{L}}{\text{dia}} * \frac{1 \text{ m}^3}{1000 \text{ L}} = 0,168 \text{ m}^3$$

$$D_T = H_T = \sqrt[3]{\frac{V_t * 4}{\pi}} = \sqrt[3]{\frac{0,168 \text{ m}^3 * 4}{\pi}} = 0,60 \text{ m}$$

Tanque de precipitación

El volumen de precipitación se obtiene a partir del volúmenes de extracto y volumen de ácido sulfúrico al 10 % es el volumen del tanque de precipitación es 3716,6575 L/tanque de a partir del cual se desarrolla los cálculos de dimensionamiento de tanque de precipitación.

$$V_{\text{ex.total}} = 2700,3862 \frac{\text{kg}}{\text{dia}} * \frac{3000 \text{ L}}{2853,66 \frac{\text{kg}}{\text{dia}}} = 2838,87 \text{ L}$$

$$V_{\text{H}_2\text{SO}_4} = 134,456 \text{ L}$$

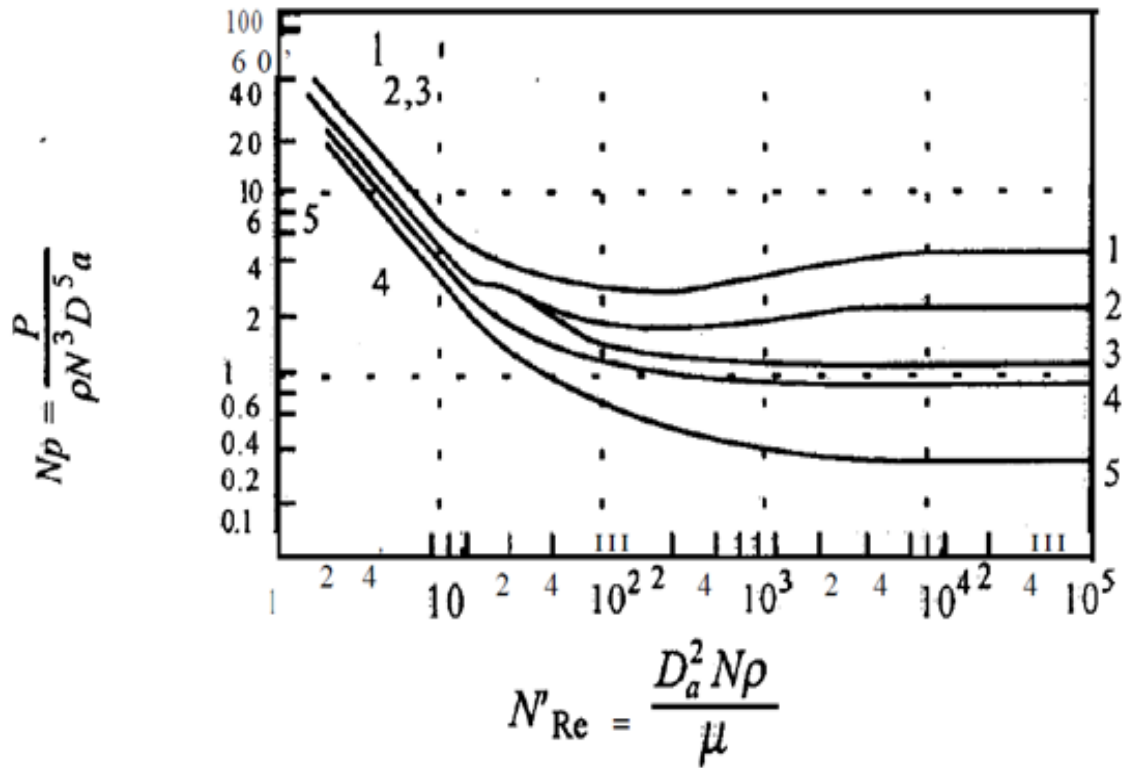
$$V_{\text{presipitado}} = 2838,87 \text{ L} + 134,456 \text{ L}$$

$$V_{\text{presipitado}} = 2973,326 \text{ L} + (0,25) * 2973,326 \text{ L/dia}$$

$$V_{\text{presipitado}} = 3716,6575 \text{ L} * \frac{1\text{m}^3}{1000 \text{ L}} = 3,72 \text{ m}^3$$

$$D_T = H_T = \sqrt[3]{\frac{V_t * 4}{\pi}} = \sqrt[3]{\frac{3,72 \text{ m}^3 * 4}{\pi}} = 1,68 \text{ m}$$

Anexo 11.
Gráfico de número de potencia vs Número Reynolds



Correlaciones de potencia para diversos impulsores y deflectores

Curva 1. Turbina de 6 aspas planas $D_t/W = 5$; cuatro deflectores c/u con $D_t/J = 12$.

Curva 2. Turbina abierta de 6 aspas planas $D_t/W = 8$; cuatro deflectores con $D_t/J = 12$.

Curva 3. Turbina abierta de 6 aspas a 45° $D_t/W = 8$; cuatro deflectores con $D_t/J = 12$.

Curva 4. Propulsor; inclinación 20° , 4 deflectores con $D_t/J = 10$; valida también para el mismo propulsor en posición angular y desplazado del centro sin deflectores.

Curva 5. Propulsor; inclinación $= D_a$, 4 deflectores con $D_t/J = 10$; valida también para un Propulsor en posición angular desplazada del centro sin deflectores.

Anexo 12.
Propiedades de agua a diferentes temperaturas

TABLA A-9													
Propiedades del agua saturada													
Temp., T °C	Presión de saturación, P _{sat} kPa	Densidad, ρ kg/m ³		Entalpía de vaporización, h _{fg} kJ/kg	Calor específico, C _p J/kg · °C		Conductividad térmica, k W/m · °C		Viscosidad dinámica, μ kg/m · s		Número de Prandtl, Pr		Coeficiente de expansión volumétrica, β 1/K
		Líquido	Vapor		Líquido	Vapor	Líquido	Vapor	Líquido	Vapor	Líquido	Vapor	
0.01	0.6113	999.8	0.0048	2501	4217	1854	0.561	0.0171	1.792 × 10 ⁻³	0.922 × 10 ⁻⁵	13.5	1.00	-0.068 × 10 ⁻³
5	0.8721	999.9	0.0068	2490	4205	1857	0.571	0.0173	1.519 × 10 ⁻³	0.934 × 10 ⁻⁵	11.2	1.00	0.015 × 10 ⁻³
10	1.2276	999.7	0.0094	2478	4194	1862	0.580	0.0176	1.307 × 10 ⁻³	0.946 × 10 ⁻⁵	9.45	1.00	0.733 × 10 ⁻³
15	1.7051	999.1	0.0128	2466	4186	1863	0.589	0.0179	1.138 × 10 ⁻³	0.959 × 10 ⁻⁵	8.09	1.00	0.138 × 10 ⁻³
20	2.339	998.0	0.0173	2454	4182	1867	0.598	0.0182	1.002 × 10 ⁻³	0.973 × 10 ⁻⁵	7.01	1.00	0.195 × 10 ⁻³
25	3.169	997.0	0.0231	2442	4180	1870	0.607	0.0186	0.891 × 10 ⁻³	0.987 × 10 ⁻⁵	6.14	1.00	0.247 × 10 ⁻³
30	4.246	996.0	0.0304	2431	4178	1875	0.615	0.0189	0.798 × 10 ⁻³	1.001 × 10 ⁻⁵	5.42	1.00	0.294 × 10 ⁻³
35	5.628	994.0	0.0397	2419	4178	1880	0.623	0.0192	0.720 × 10 ⁻³	1.016 × 10 ⁻⁵	4.83	1.00	0.337 × 10 ⁻³
40	7.384	992.1	0.0512	2407	4179	1885	0.631	0.0196	0.653 × 10 ⁻³	1.031 × 10 ⁻⁵	4.32	1.00	0.377 × 10 ⁻³
45	9.593	990.1	0.0655	2395	4180	1892	0.637	0.0200	0.596 × 10 ⁻³	1.046 × 10 ⁻⁵	3.91	1.00	0.415 × 10 ⁻³
50	12.35	988.1	0.0831	2383	4181	1900	0.644	0.0204	0.547 × 10 ⁻³	1.062 × 10 ⁻⁵	3.55	1.00	0.451 × 10 ⁻³
55	15.76	985.2	0.1045	2371	4183	1908	0.649	0.0208	0.504 × 10 ⁻³	1.077 × 10 ⁻⁵	3.25	1.00	0.484 × 10 ⁻³
60	19.94	983.3	0.1304	2359	4185	1916	0.654	0.0212	0.467 × 10 ⁻³	1.093 × 10 ⁻⁵	2.99	1.00	0.517 × 10 ⁻³
65	25.03	980.4	0.1614	2346	4187	1926	0.659	0.0216	0.433 × 10 ⁻³	1.110 × 10 ⁻⁵	2.75	1.00	0.548 × 10 ⁻³
70	31.19	977.5	0.1983	2334	4190	1936	0.663	0.0221	0.404 × 10 ⁻³	1.126 × 10 ⁻⁵	2.55	1.00	0.578 × 10 ⁻³
75	38.58	974.7	0.2421	2321	4193	1948	0.667	0.0225	0.378 × 10 ⁻³	1.142 × 10 ⁻⁵	2.38	1.00	0.607 × 10 ⁻³
80	47.39	971.8	0.2935	2309	4197	1962	0.670	0.0230	0.355 × 10 ⁻³	1.159 × 10 ⁻⁵	2.22	1.00	0.653 × 10 ⁻³
85	57.83	968.1	0.3536	2296	4201	1977	0.673	0.0235	0.333 × 10 ⁻³	1.176 × 10 ⁻⁵	2.08	1.00	0.670 × 10 ⁻³
90	70.14	965.3	0.4235	2283	4206	1993	0.675	0.0240	0.315 × 10 ⁻³	1.193 × 10 ⁻⁵	1.96	1.00	0.702 × 10 ⁻³
95	84.55	961.5	0.5045	2270	4212	2010	0.677	0.0246	0.297 × 10 ⁻³	1.210 × 10 ⁻⁵	1.85	1.00	0.716 × 10 ⁻³
100	101.33	957.9	0.5978	2257	4217	2029	0.679	0.0251	0.282 × 10 ⁻³	1.227 × 10 ⁻⁵	1.75	1.00	0.750 × 10 ⁻³
110	143.27	950.6	0.8263	2230	4229	2071	0.682	0.0262	0.255 × 10 ⁻³	1.261 × 10 ⁻⁵	1.58	1.00	0.798 × 10 ⁻³
120	198.53	943.4	1.121	2203	4244	2120	0.683	0.0275	0.232 × 10 ⁻³	1.296 × 10 ⁻⁵	1.44	1.00	0.858 × 10 ⁻³
130	270.1	934.6	1.496	2174	4263	2177	0.684	0.0288	0.213 × 10 ⁻³	1.330 × 10 ⁻⁵	1.33	1.01	0.913 × 10 ⁻³
140	361.3	921.7	1.965	2145	4286	2244	0.683	0.0301	0.197 × 10 ⁻³	1.365 × 10 ⁻⁵	1.24	1.02	0.970 × 10 ⁻³
150	475.8	916.6	2.546	2114	4311	2314	0.682	0.0316	0.183 × 10 ⁻³	1.399 × 10 ⁻⁵	1.16	1.02	1.025 × 10 ⁻³
160	617.8	907.4	3.256	2083	4340	2420	0.680	0.0331	0.170 × 10 ⁻³	1.434 × 10 ⁻⁵	1.09	1.05	1.145 × 10 ⁻³
170	791.7	897.7	4.119	2050	4370	2490	0.677	0.0347	0.160 × 10 ⁻³	1.468 × 10 ⁻⁵	1.03	1.05	1.178 × 10 ⁻³
180	1002.1	887.3	5.153	2015	4410	2590	0.673	0.0364	0.150 × 10 ⁻³	1.502 × 10 ⁻⁵	0.983	1.07	1.210 × 10 ⁻³
190	1254.4	876.4	6.388	1979	4460	2710	0.669	0.0382	0.142 × 10 ⁻³	1.537 × 10 ⁻⁵	0.947	1.09	1.280 × 10 ⁻³
200	1553.8	864.3	7.852	1941	4500	2840	0.663	0.0401	0.134 × 10 ⁻³	1.571 × 10 ⁻⁵	0.910	1.11	1.350 × 10 ⁻³
220	2318	840.3	11.60	1859	4610	3110	0.650	0.0442	0.122 × 10 ⁻³	1.641 × 10 ⁻⁵	0.865	1.15	1.520 × 10 ⁻³
240	3344	813.7	16.73	1767	4760	3520	0.632	0.0487	0.111 × 10 ⁻³	1.712 × 10 ⁻⁵	0.836	1.24	1.720 × 10 ⁻³
260	4688	783.7	23.69	1663	4970	4070	0.609	0.0540	0.102 × 10 ⁻³	1.788 × 10 ⁻⁵	0.832	1.35	2.000 × 10 ⁻³
280	6412	750.8	33.15	1544	5280	4835	0.581	0.0605	0.094 × 10 ⁻³	1.870 × 10 ⁻⁵	0.854	1.49	2.380 × 10 ⁻³
300	8581	713.8	46.15	1405	5750	5980	0.548	0.0695	0.086 × 10 ⁻³	1.965 × 10 ⁻⁵	0.902	1.69	2.950 × 10 ⁻³
320	11274	667.1	64.57	1239	6540	7900	0.509	0.0836	0.078 × 10 ⁻³	2.084 × 10 ⁻⁵	1.00	1.97	—
340	14586	610.5	92.62	1028	8240	11870	0.469	0.110	0.070 × 10 ⁻³	2.255 × 10 ⁻⁵	1.23	2.43	—
360	18651	528.3	144.0	720	14690	25800	0.427	0.178	0.060 × 10 ⁻³	2.571 × 10 ⁻⁵	2.06	3.73	—
374.14	22090	317.0	317.0	0	∞	∞	∞	∞	0.043 × 10 ⁻³	4.313 × 10 ⁻⁵	—	—	—

Anexo 13. Galería de fotos



Foto 1. Semilla de achiote (*Bixa orellana* L.) como arbusto en el campo de cultivo



Foto 2. Secado de cascara de la semilla de achiote *bixa orellana* en el campo de cosecha para facilidad de traslado



Foto 3. Determinación de selección de materia prima por cuarteo uniformidad



Foto 4. Tamizado de materia prima (semilla de achiote) para obtener coeficiente



Foto 5. Determinación de contenido de fibra bruta en la cocina eléctrica.



Foto 6. Titulación de muestra de contenido de proteína en el achiote.



Foto 7. Mediante la adición de solución de ácido sulfúrico H_2SO_4 10 % regular el PH de la solución hasta llegar a 2.06.



Foto 8. Se realiza filtración de bomba al vacío para obtener norbixina pura en polvo



Foto 9. Ensayos preliminares de extracción de colorante de achiote refino y extracto.



Foto 10. Diluciones necesarias para la lectura de absorbancia en el espectrofotómetro.

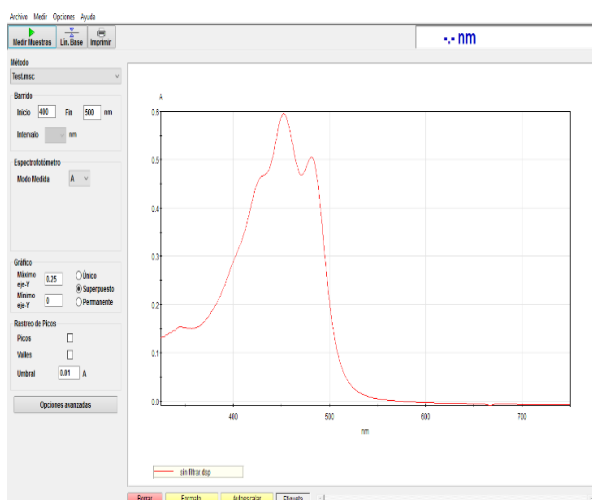


Foto 11. Determinación de absorbancia máxima para una longitud de 842 nm para NaOH



Foto 12. Redacción de trabajo de investigación en gabinete UNSCH. Laboratorio de hidrocarburos



Foto 13. Esquema de acondicionamiento de la muestra de semilla de achiote. **a)** Proceso de secado, **b)** Clasificación y Selección, **c)** Método cuarteo, **d)** Muestra definida

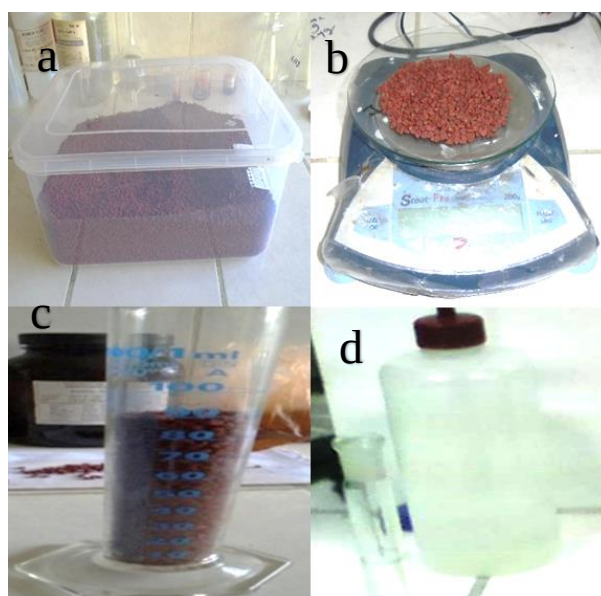


Foto 14. Esquema de determinación de densidad aparente en la semilla de achiote. **a)** Muestra definida, **b)** Pesar la muestra, **c)** Llenar en la probeta, **d)** Agregar agua destilada.

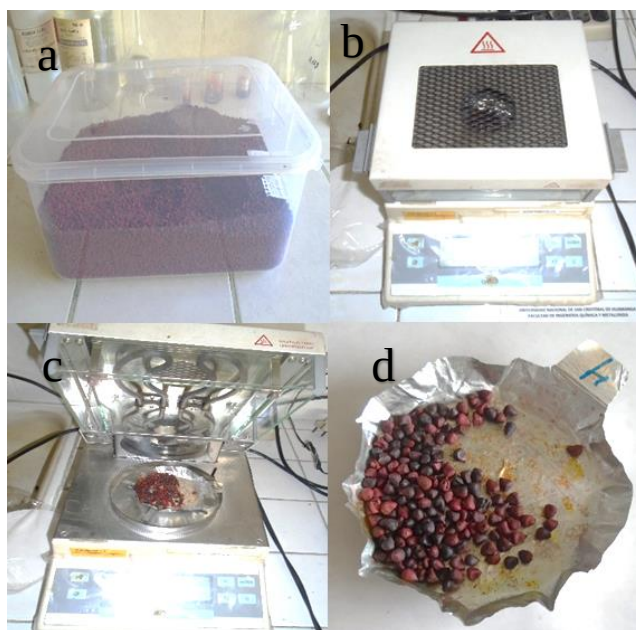


Foto 15. Esquema de determinación de humedad en la semilla de achiote. **a)** Muestra definida, **b)** Encender el equipo **c)** Colocar la muestra, **d)** Determinar la humedad.

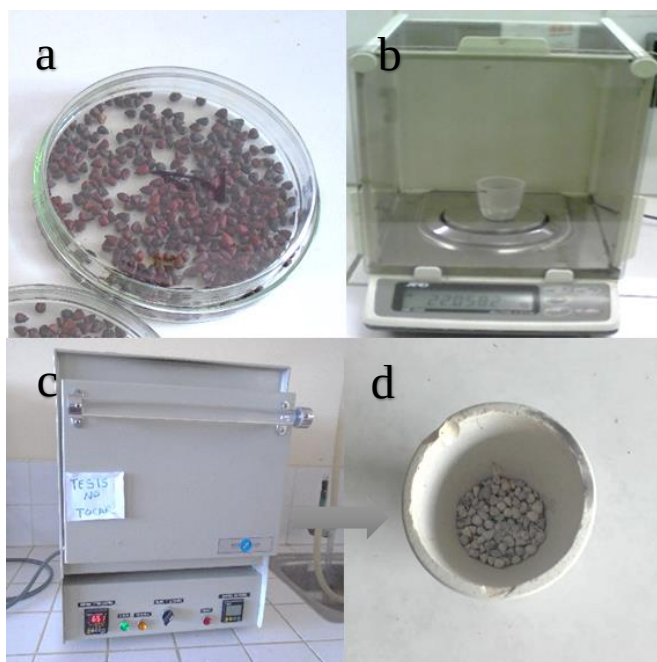


Foto 16. Esquema de determinación de contenido de ceniza en la semilla de achiote. **a)** Muestra deshidratada, **b)** Determinar peso, **c)** Colocar la muestra en la mufla, **d)** Determinar las cenizas.

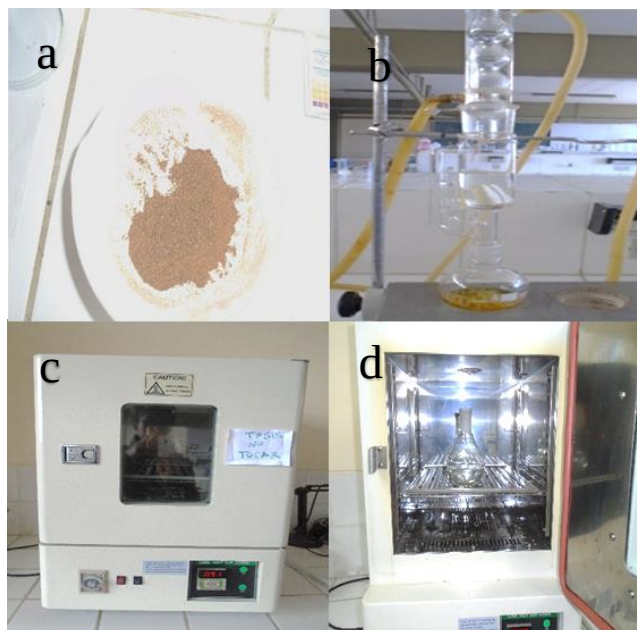


Foto 17. Esquema de determinación de contenido de grasa en la semilla de achiote. **a)** Semilla deshidratada, **b)** Equipo de Soxhlet. **c)** Colocar la muestra estufa, **d)** Evaporar el solvente.

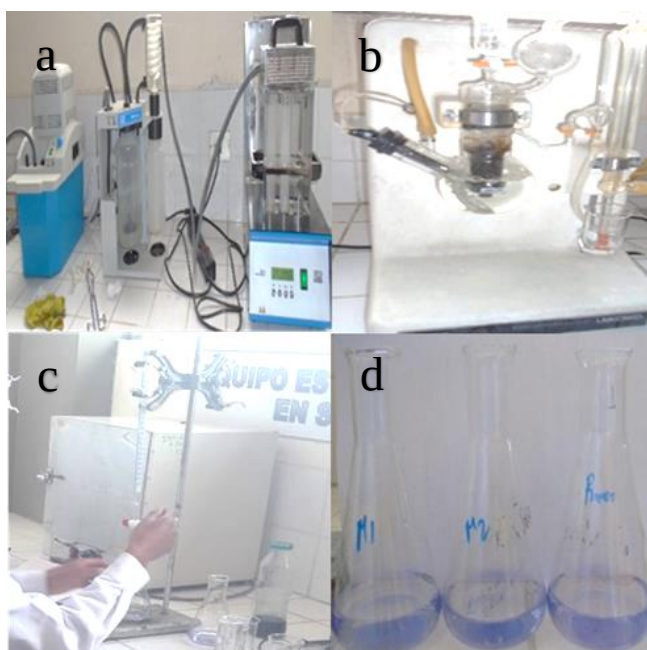


Foto 18. Esquema de determinación de contenido de proteína en la semilla de achiote. **a)** Equipo de digestor, **b)** Destilación, **c)** Titulación de la muestra, **d)** Resultados obtenidos.

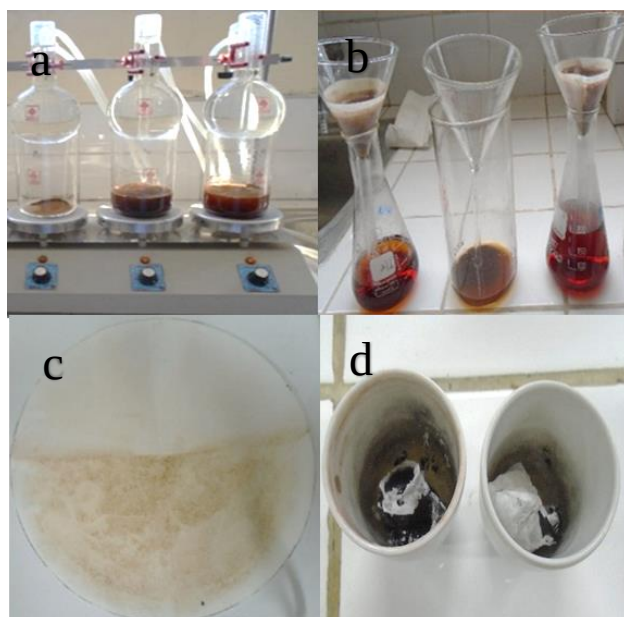


Foto 19. Esquema de determinación de contenido de fibra en la semilla de achiote. **a)** Equipo de extracción de fibra, **b)** Filtración, **c)** Papel filtro lavada, **d)** Muestra después de mufla.