

PULVERIZACIÓN DE COLORANTES NATURALES POR SECADO POR ATOMIZACIÓN

INVESTIGADOR PRINCIPAL:

JORGE ENRIQUE DEVIA PINEDA, Ph. D.

COINVESTIGADORES:

EST. VANESSA ROSA CONSTAIN ORDOÑEZ

CAMILO AMARÚ BRACHO DÍAZ

DIANA CAROLINA CRUZ TRUJILLO

CAROLINA ESCOBAR PALACIO

SANTIAGO ALVIAR HENAO

CAROLINA VILLEGAS MONTOYA

RODOLFO AQUILEO PAREDES A.

CAROLINA PALOMINO HUERTAS

BEATRIZ ELENA LONDOÑO SIERRA

ASISTENTES DE INVEST.

EST. MARCIA VICTORIA CORREA OSORNO

ELIANA JARAMILLO OSORIO

YULI ANDREA RAMÍREZ TAPIAS

GRUPO DE INVESTIGACIÓN DESARROLLO Y DISEÑO DE PROCESOS -DDP-

Departamento de Ingeniería de Procesos

Director de Grupo de Investigación: Ing. Jaime Escobar Arango

Comentarios: Favor dirigirlos a jdevia@eafit.edu.co

Está autorizada la reproducción total o parcial de este material siempre y cuando se cite la fuente.

TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN	1
ABSTRACT	1
AUTORES	2
1. INTRODUCCIÓN	3
1.1 Los Colorantes Naturales	3
1.2 Preguntas de Investigación	5
1.3 Objetivos	5
2. METODOLOGÍA EMPLEADA EN EL PROYECTO	6
2.1 Extracción del colorante	6
2.2 Concentración de la solución	6
3. PROCESOS DE EXTRACCIÓN DE LOS COLORANTES	7
3.1 Extracción del colorante del Achiote	7
3.2 Extracción del colorante de la Cáscara del Plátano <i>hartón</i> (Londoño, 2003)	13
3.3 Extracción del colorante de la semilla del Aguacate (Saldarriaga, 2002)	19
3.4 Extracción del colorante de las hojas del Helecho (Bracho, 2003)	25
4. CARACTERIZACIÓN DE LOS COLORANTES	30
4.1 Colorante de la semilla del Achiote	30
4.2 Colorante de la cáscara del Plátano <i>hartón</i>	34
4.3 Colorante de la semilla del Aguacate	37
4.4 Colorante de las hojas del Helecho	40
5. PULVERIZACIÓN DE LOS COLORANTES	44
5.1 Selección del Secador	44
5.2 Parámetros de diseño del Secador	44
5.3 Construcción del Secador	45
6. USO DE LOS COLORANTES	50
6.1 Colorantes para Textiles	50
7. ESTUDIO ECONÓMICO PRELIMINAR	51
8. CONCLUSIONES	52
9. BIBLIOGRAFÍA	53
AGRADECIMIENTOS	55

RESUMEN

En este trabajo se determinan las condiciones para la extracción de los colorantes a partir de las semillas del Achiote (*Bixa orellana*), y del Aguacate (*Persea gratissima Goerin*), de la cáscara del plátano *hartón* (*Musa paradisiaca*), y del Helecho común (*Pteridium aquilinum*), con ayuda de diseños de experimentos que permiten identificar las condiciones de operación que dan el mejor rendimiento del colorante.

Para obtener los colorantes en polvo, utilizando un proceso diferente al secado por medio de altas temperatura, se construye un secador por atomización según un estudio previo en el cual se seleccionaron los componentes del equipo y se dibujaron los planos para la construcción. En este proyecto se introducen algunas modificaciones de acuerdo con las necesidades del proyecto. El secador construido tiene capacidad para evaporar hasta cinco litros de agua por hora.

Los colorantes obtenidos se utilizan en el teñido de fibras textiles como algodón y nylon, aplicando las Normas Icontec a los productos obtenidos para verificar que sus características están por encima de los valores requeridos por la norma. Se hacen algunos ensayos iniciales con productos alimenticios, pero es necesario profundizar en esta área para tener la seguridad que no haya efectos nocivos para la salud de los humanos.

PALABRAS CLAVE

Colorantes naturales, teñido de fibras, secado por atomización, Achiote, Aguacate, Helecho, Plátano.

ABSTRACT

In this work, the conditions for the extraction of dyes from the seeds of achiote (*Bixa orellana*), and avocado (*Persea gratissima Goerin*), from the peel of the banana *hartón* (*Musa paradisiaca*), and from the leaves of common fern (*Pteridium aquilinum*), are determined. With the help of statistical experimental designs the best conditions for the extraction parameters are determined.

In order to obtain the powdered dyes, using a different process from the high temperature drying, an spray dryer is constructed according to a previous study in which the components of the equipment were selected and the blueprints for the construction were drawn. In this project some modifications are introduced in agreement with limitations of the unit operations lab. The constructed spray dryer has capacity to evaporate up to five liters of water per hour.

The dyes are tested to dye textile fiber like cotton and nylon, and the Icontec Norms are applied to the colored materials to verify that their characteristics are over the standard requirements of the norm. Some initial tests with nutritional products are made, but it is necessary to deepen in this area to have the security that they don't have unhealthy effects on human beings.

KEY WORDS

Natural dyes, textile fibers dyeing, spray drying, annatto, avocado, banana, common fern.

AUTORES

JORGE ENRIQUE DEVIA PINEDA

Ingeniero Químico de la Universidad de Antioquia y Ph. D. en Físicoquímica de la Universidad de Pittsburgh, Estados Unidos.

Docente del Departamento de Ingeniería de Procesos de la Universidad EAFIT.

Miembro del Grupo de Investigación “Desarrollo y Diseño de Procesos” (DDP) de la Universidad EAFIT.

Área de Desempeño: Investigación y Desarrollo de Productos.

Asignatura que sirve: Pensamiento Sistémico y Metodología de la Investigación.

VANESSA ROSA CONSTAIN ORDOÑEZ

CAROLINA VILLEGAS MONTOYA

CAMILO AMARÚ BRACHO DIAZ

RODOLFO AQUILEO PAREDES A.

DIANA CAROLINA CRUZ TRUJILLO

CAROLINA PALOMINO HUERTAS

CAROLINA ESCOBAR PALACIO

BEATRIZ ELENA LONDOÑO SIERRA

SANTIAGO ALVIAR HENAO

Estudiantes de último año de Ingeniería de Procesos, quienes desarrollaron sus trabajos de grado en el grupo con la dirección del profesor Jorge E. Devia.

MARCIA VICTORIA CORREA OSORNO

ELIANA JARAMILLO OSORIO

YULI ANDREA RAMÍREZ TAPIAS

Estudiantes de semestres intermedios del programa de Ingeniería de Procesos, quienes actuaron como Asistentes de Investigación durante el desarrollo del Proyecto.



PULVERIZACIÓN DE COLORANTES NATURALES POR SECADO POR ATOMIZACIÓN

1. INTRODUCCIÓN

1.1 LOS COLORANTES NATURALES

Desde tiempos inmemoriales los colorantes se usan para teñir, artesanalmente, fibras textiles y para darle color a algunos alimentos; en este último caso hay exigencias más o menos rigurosas relativas a su toxicidad. En la naturaleza se pueden encontrar múltiples fuentes de colorantes, capaces de generar una amplia variedad de matices y de cumplir, algunos de ellos, con los requisitos que la industria textil y alimenticia demandan (Rigge, 2001). Un gran porcentaje de estas fuentes proviene de la agricultura (semillas, materiales de desecho como cáscaras, hojas, etcétera). A estos materiales se les agrega valor mediante su transformación industrial.

Por su naturaleza química, los colorantes pueden ser inorgánicos y orgánicos. La importancia de los colorantes de origen vegetal había decaído desde la aparición en el mercado de los colorantes sintéticos derivados del petróleo, del aluminio y del carbón. Sin embargo actualmente se están buscando colorantes naturales como sustitutos de los artificiales debido a que en algunos países se han prohibido los colorantes de origen mineral y sintéticos porque, en algunos de ellos, se han encontrado indicios de

efectos nocivos para la salud. En los últimos años la industria de alimentos ha reducido considerablemente la lista de colorantes permitidos, y por el contrario ha comenzado a utilizar los colorantes naturales que de acuerdo con la legislación norteamericana no requieren certificación (FDA, 2002)

Los colorantes naturales se dividen en “tintes” (dyes) y “pigmentos” (pigments). Generalmente los tintes se definen como compuestos que interactúan químicamente con el sustrato coloreado (p. e. con textiles); usualmente se disuelven o dispersan en un solvente y el sustrato se trata en esta solución. Por otro lado, los pigmentos, muy usado en la industria farmacéutica, no forman enlaces químicos con el sustrato, y para que puedan adherirse a su superficie se tienen que mezclar con un adhesivo.

La FDA (Food and Drugs Administration), entidad norteamericana autorizada para regular los alimentos y sus aditivos, ha definido que los colores permitidos para el uso en la industria alimenticia se clasifican en certificables y exentos de certificación. Los certificables son colorantes sintéticos, aprobados para su uso por la FDA. En los Estados Unidos existen ocho colores certificados que son: Amarillo #5, Amarillo #6, Azul #1, Azul #2, Naranja B, Rojo citrus, Rojo #40, Verde #3. Los aditivos colorantes exentos de certificación incluyen los pigmentos derivados de

fuentes naturales tales como vegetales o animales, entre ellos se incluyen los colorantes obtenidos de las semillas (“la pepa”) del aguacate y del achiote así como extractos vegetales (FDA, 2002).

En el Departamento de Ingeniería de Procesos se ha venido desarrollando el proyecto denominado “Investigación y Desarrollo de Productos” y entre sus resultados se cuenta la obtención de colorantes naturales a partir de las partes de algunas plantas comunes en el país. Es así como se han obtenido colorantes a partir de las semillas del Achiote (*Bixa orellana*), y del Aguacate (*Persea gratissima Goerin*), de la cáscara del plátano *hartón* (*Musa paradisiaca*), y del Helecho común (*Pteridium aquilinum*).

El colorante del Achiote, denominado Annatto, se obtiene en forma de polvo, porque en el proceso de extracción, que se hace con una solución al 2% de hidróxido de potasio, se emplea ácido sulfúrico para la precipitación del colorante en forma de una pasta que debe molerse para obtener el colorante pulverizado (Saldarriaga, 2001) Es posible modificar este proceso para obtener un producto con características más aceptables para utilizarlo en la industria de los alimentos, si en lugar de emplear el ácido sulfúrico para la precipitación, la solución del colorante se pulveriza por medio de secado por atomización.

A pesar de que el achiote ofrece grandes oportunidades de producción gracias a su gran adaptabilidad y amplia gama de condiciones agroecológicas, es lamentable que siendo este arbusto tan rústico y tan poco exigente, Colombia siga importando la semilla, especialmente desde el Ecuador (Proexport).

Entre los colorantes sintéticos existentes, el colorante del achiote puede reemplazar al Amarillo #5, más conocido como Tartrazina, que tiene un precio de \$14.000 pesos por kilo y del cual se producen localmente cerca de 35 ton / mes; sin embargo, el colorante del achiote, obtenido por precipitación con ácido sulfúrico, se vende a \$24.000 pesos por

kilo. Aunque hay una notable diferencia de precios, es importante señalar que nacionalmente el uso de la Tartrazina está prohibido en pastas, mayonesa, salsa de tomate y mostaza, productos en los cuales el colorante de achiote tiene muy buena aplicación y estabilidad y se podría obtener por un proceso relativamente sencillo (Saldarriaga, 2001). De todos modos es necesario determinar el costo de producción del colorante por secado por atomización y evaluar sus ventajas en relación con el producto obtenido por otros procesos.

Otro producto interesante que se ha obtenido en el laboratorio es el colorante a partir de la semilla del Aguacate (*Persea gratissima Goerin - Persea Americana Mill*) usando una solución de hidróxido de sodio al 0.5% p/v (peso/volumen) para la extracción. Hasta el momento este colorante debe permanecer en solución porque si se seca a temperaturas elevadas se degrada. Por esta razón es importante que el secado se haga por atomización, que tiene la ventaja que el material permanece a alta temperatura por un periodo de tiempo muy breve.

Aunque en la búsqueda bibliográfica realizada, no se encontraron referencias del uso industrial del colorante de la semilla del aguacate, de ésta se extrae un jugo que es una tinta indeleble que sirve para marcar ropa; para ello se saca el jugo fresco y se lleva directamente a la tela que se desea marcar, escribiendo sobre ella para dejarla secar (Arias, 1968). En el Laboratorio de Procesos se ha encontrado que, de acuerdo con el pH de la solución y el mordiente empleado, se obtienen cinco colores diferentes que presentan muy buena estabilidad en telas de algodón, Nylon y mezcla lana-poliéster, en lácteos y harinas (Saldarriaga, 2002; Cruz, 2004).

De acuerdo con la importancia de los colorantes naturales en el mercado mundial y la necesidad de obtenerlos en polvo, para facilitar su transporte y dosificación, con un tratamiento de secado bajo condiciones que no dañen el producto, se pretende construir un secador por atomización que, además de servir para determinar las condiciones de secado

de estos colorantes, se pueda utilizar para hacer ensayos con otros productos de interés comercial que permitan desarrollar esta tecnología en el programa de Ingeniería de Procesos y si es posible obtener algunas patentes relacionadas con este tema.

También de las cáscaras del Plátano *hartón* se puede obtener un colorante que sirve para teñir textiles, con características aceptadas según las Normas Icontec. El método propuesto para la extracción de este colorante consiste en una extracción sólido-líquido, donde la cáscara, con una humedad promedio de 84.8 %, se deshidrata y muele para luego extraer el colorante con un solvente acuoso y básico a temperatura moderada, para obtener una solución coloreada con un contenido de sólido cercano al 3% por peso después de su centrifugación (Londoño, 2003).

Por otro lado, a partir de la hoja helecho común, con humedad igual o inferior al 11.9%, secada al aire para facilitar su molienda, se obtiene un colorante por extracción sólido-líquido usando una solución diluida de hidróxido de potasio como solvente extractor. El colorante obtenido sirve para teñir fibras de algodón y de nylon usando mordiente naturales (Bracho, 2003; Constain, 2004).

1.2 PREGUNTAS DE INVESTIGACIÓN

En busca de formas para aprovechar mejor los colorantes que se obtienen de los vegetales mencionados se proponen las preguntas de investigación que son la pauta para desarrollar este proyecto:

¿Cuáles son las condiciones para la obtención de los colorantes que van a secarse por atomización?

¿Qué es preferible, un secador por atomización que se pueda acoplar al secador por lecho fluidizado que ya existe en el Laboratorio de Operaciones Unitarias, o construir un equipo independiente? ¿Será un secador con boquillas o con disco giratorio a alta velocidad?

¿Cuáles deben ser los parámetros de diseño del secador por atomización?

¿Cuál es la ingeniería de detalle y la selección de los componentes para construir el secador?

¿Cuáles son las mejores condiciones de secado para cada uno de los colorantes que se han obtenido en el Laboratorio de Procesos?

¿Cuáles son las características de estabilidad y color de los colorantes obtenidos por secado por atomización en fibras naturales y sintéticas y en productos alimenticios?

¿Cuál es la factibilidad económica del proceso completo de extracción y secado de los colorantes, para una planta piloto?

1.3 OBJETIVOS

1.3.1 Objetivo General

Diseñar un proceso para producir colorantes naturales en polvo por medio del secado por atomización. Específicamente, se pretende completar el diseño del proceso de producción de colorantes naturales, obtenidos en el laboratorio, con la construcción de un equipo de secado por atomización para convertir sus soluciones acuosas en polvo, con un tamaño de partícula adecuado para que su disolución en agua sea completa.

1.3.2 Objetivos Específicos

Determinar las condiciones experimentales, incluyendo evaluar el efecto de la temperatura, para la obtención de los colorantes que van a someterse al proceso de secado por atomización.

Seleccionar el secador por atomización que se ajuste mejor a las necesidades del programa de Ingeniería de Procesos, para construirlo en el laboratorio de operaciones unitarias.

Determinar los parámetros de diseño del secador por atomización seleccionado, en tamaño comparable con otros equipos del laboratorio de operaciones unitarias.

Dibujar los planos de las partes del secador y seleccionar los demás componentes necesarios para la construcción de éste.

Construir el secador por atomización con la ayuda del Centro de Laboratorios, especialmente del Laboratorio de Modelos.

Determinar las condiciones del secado por atomización para obtener colorantes en polvo con una calidad comparable con los productos que se ofrecen en el mercado internacional.

Determinar las características de estabilidad y color de los colorantes obtenidos, en fibras naturales y sintéticas lo mismo que en productos alimenticios.

Hacer un estudio económico preliminar acerca de la factibilidad de producción a escala de planta piloto de colorantes vegetales por medio del secado por atomización.

1.3.3 Productos y Resultados

Como resultado de este proyecto se entregarán a la Dirección de Investigación y Docencia muestras de los tres colorantes en polvo obtenidos por medio del secado por atomización, con la correspondiente descripción del proceso de obtención y la evaluación de sus características de teñido y estabilidad del color en fibras naturales y sintéticas.

Se entregará al Centro de Laboratorios un secador por atomización para incorporarlo a los demás equipos del Laboratorio de Operaciones Unitarias de la Universidad EAFIT y que podrá ser utilizado en investigación y docencia en las carreras de Ingeniería de Procesos, Ingeniería Mecánica e Ingeniería de Producción.

Con este equipo se entregará un disco compacto (DC) con todos los planos y la selección de accesorios necesarios para la construcción del secador.

Además, como resultado de este proyecto se producirán dos tipos de publicaciones: un informe final con la guía para la operación del secador y las condiciones de secado para los colorantes y tres publicaciones, una relativa a la construcción del secador, y otras dos relacionadas con el secado de materiales: colorantes y otros productos que se puedan ensayar durante el desarrollo del proyecto. En el caso de que los resultados de este proyecto sean patentables se hará el trámite correspondiente por intermedio de la Universidad EAFIT.

2. METODOLOGÍA EMPLEADA EN EL PROYECTO

2.1 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE

La materia prima de cada una de las especies estudiadas se tritura a un tamaño de grano superior a la Malla 30, para evitar su aglomeración en la forma de lodo durante el proceso de extracción. Para cada uno de estos materiales se seleccionan las condiciones de extracción que producen mejor rendimiento, con ayuda del Diseño Estadístico de Experimentos. A partir de este extracto se obtienen muestras para hacer una caracterización fisicoquímica preliminar de los colorantes.

2.2 CONCENTRACIÓN DE LA SOLUCIÓN

La solución del colorante que se obtiene durante el proceso de extracción se concentra, hasta tener una concentración de sólidos del 15 al 20%, en la unidad de evaporación del Laboratorio de Operaciones Unitarias, a presión reducida (12 psi) y una temperatura menor a 65° C, porque se ha encontrado que, en general, los colorantes naturales pueden sufrir algún grado de degradación a temperaturas mayores.

2.3 PULVERIZACIÓN DEL COLORANTE

El extracto concentrado se somete al proceso de pulverización en la unidad de secado por atomización. La cámara de aire caliente tiene una temperatura en la parte superior de 230° C y la parte inferior la temperatura disminuye a 90° - 100° C. El disco dispersor gira a una velocidad variable entre 5000 y 35000 rpm, la cual se modifica según la viscosidad del material. Para seleccionar esta velocidad se deben hacer ensayos previos hasta lograr que la solución se disperse en una nube que produzca partículas secas de un tamaño que sea adecuado para el uso propuesto. El polvo obtenido se almacena en bolsas cerradas herméticamente para evitar que se humedezcan.

3. PROCESOS DE EXTRACCIÓN DE LOS COLORANTES

Aunque los procesos de extracción de los colorantes son similares porque se emplea la extracción sólido-líquido usando como solvente una solución acuosa, cada una de ellas tiene especificidades, especialmente, en cuanto a la naturaleza y concentración del hidróxido que se emplea, lo cual hace que los parámetros del procesos sean diferentes.

3.1 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE DEL ACHIOTE

Desde la antigüedad se conocen diferentes métodos de extracción del colorante del Achiote que varían desde la extracción rudimentaria o artesanal hasta los procesos industriales. A continuación se describen brevemente algunos de los procesos conocidos.

3.1.1 Extracción rudimentaria o artesanal del colorante del Achiote

Las semillas que se separan de las cápsulas maduras, se colocan en suficiente agua hirviendo

con el fin de que el colorante se desprenda de éstas; luego se separa el residuo de las semillas de la suspensión acuosa, que se deja fermentar por cerca de una semana. Finalmente se elimina el agua para dejar una pasta sólida que se modela para obtener el producto con la forma más conveniente y aceptada por el consumidor (Sahaza, 2003).

Otro de los métodos antiguos y prácticamente en desuso, consiste en machacar las semillas entre cilindros para obtener una masa, a la cual se le agrega una cantidad suficiente de agua con agitación. Cuando la suspensión acuosa se sedimenta, se le retira la mayor parte del agua clara y se deja hervir por dos o tres horas. Al retirarla del fuego, se exprime bien para sacar el resto de agua y obtener la pasta que queda lista para empacar y comercializar directamente (Córdoba, 1987).

3.1.2 Extracción industrial

La extracción del pigmento a escala industrial se puede hacer con diferentes solventes, tales como agua caliente, álcali diluido, aceites vegetales, propilenglicol, acetato de etilo y otros solventes de menor importancia. Para cada uno de estos solventes se emplean varios métodos de extracción, de acuerdo con la disponibilidad de equipos y recursos.

Álcali acuoso: La bixina, uno de los componentes colorantes del Achiote, es un ácido carboxílico que, al agregarle un álcali acuoso, forma sales alcalinas solubles en agua, lo que permite extraer el colorante de una forma más fácil. Las semillas se lavan con esta solución, el extracto y el lavado se acumulan y la solución roja oscura se neutraliza con un exceso de ácido mineral, el cual precipita el pigmento. Luego se filtra, se lava y el líquido sobrante se separa hasta obtener la masa colorante para secar (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

Aceites vegetales: La extracción con aceites vegetales consiste en diluir el colorante de las semillas en aceite vegetal caliente, para venderlo en

forma de una solución concentrada destinada a la pigmentación de algunos productos lácteos y para fines culinarios (Córdoba, 1987; Jaramillo, 1992).

Propilenglicol: El proceso de extracción se lleva a cabo en frío debido a la alta solubilidad que tiene el pigmento en estas condiciones. El colorante obtenido se emplea para colorear derivados lácteos principalmente (Jaramillo, 1992).

Extracción con solución alcalina (KOH). Entre los diferentes métodos y solventes existentes para extraer el colorante del achiote, se selecciona la solución de hidróxido de potasio para desarrollar los ensayos, a escala de laboratorio, en este proyecto. Esta selección se fundamenta en las siguientes razones:

Según estudios realizados con diferentes solventes, con una solución de hidróxido de potasio se obtiene el colorante con mejor rendimiento y calidad. Según Proexport, el solvente que extrae un mayor porcentaje del compuesto activo por encima del 30%, además del acetato de etilo, es el hidróxido de potasio; lo cual es determinante en el momento de exportar el colorante (Jaramillo, 1992).

La extracción con una solución de hidróxido de potasio, es muy común entre algunas empresas extranjeras, tales como KALSEC, localizada en Estados Unidos y dedicada a la extracción del colorante de achiote, *Annatto*, no solo por el método de la solución alcalina, sino también con aceites vegetales, óleo-resinas, entre otros, encontrando que el hidróxido de potasio es el indicado para realizar esta extracción (Kalsec, 2003).

3.1.3 Descripción del proceso empleado en este proyecto

La primera etapa del proceso es la selección adecuada de las semillas, porque se ha comprobado que mientras más frescas se encuentren, mejor rendimiento y calidad se obtiene (Jaramillo, 1992). Las semillas pesadas se dejan en remojo en la solución

de KOH durante 12 a 16 horas, y luego se separa la solución coloreada; las semillas se mezclan con otra parte de la solución de KOH con agitación durante un tiempo determinado. Enseguida, las semillas se separan de nuevo, se lavan con solución de KOH y se secan al sol, y las soluciones coloreadas resultantes se mezclan. A esta solución básica se le disminuye el pH con ácido sulfúrico para precipitar el colorante.

Así se obtiene el colorante en suspensión, con un pH ácido y un color rojo intenso, de la cual se parte para obtener el colorante en diferentes presentaciones, según la aplicación que se quiere dar, bien sea en polvo o simplemente en suspensión. Para efectos de experimentación en el laboratorio, el proceso continúa hasta obtener el colorante en polvo. Para tal fin, la suspensión ácida se filtra al vacío para acelerar el proceso, con el fin de obtener una torta del colorante, la cual se seca en un horno. Finalmente la pasta obtenida se muele en mortero, para conseguir el colorante en polvo que se pesa para determinar rendimientos.

3.1.3.1 Variables del proceso de extracción el colorante del achiote.

Las variables del proceso que inciden de modos diferentes en su rendimiento son: relación semilla/solvente, concentración del solvente, tiempo de agitación, velocidad de agitación, pH y temperatura de secado.

3.1.3.1.1 Relación semilla-solvente.

Es una variable importante para llevar a cabo el proceso, porque indica cual es el volumen adecuado de solvente, según el peso de semillas. En los estudios realizados se han manejado relaciones de 1:2, 1:3 y 1:4, con resultados muy cercanos a los obtenidos con la relación 1:3 (Jaramillo, 1992). Por lo tanto, y teniendo en cuenta las relaciones utilizadas por Mosquera (1989) y Jaramillo (1992), ésta es una de las variables que se deben considerar.

3.1.3.1.2 Concentración del solvente.

Considerando que se deben emplear bajas concentraciones de álcali para no degradar el

colorante, este parámetro se maneja como variable del proceso, porque de ésta depende, en parte, el desprendimiento del colorante de las semillas, teniendo en cuenta que en los estudios realizados se han trabajado concentraciones entre 0.5% p/v y 2% p/v (peso por volumen) (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

3.1.3.1.3 Tiempo de agitación. El tiempo de agitación es otra de las variables que se debe considerar en el proceso, para determinar el tiempo que deben permanecer las semillas en agitación para retirar la máxima cantidad de colorante, sin que éstas comiencen a desprender impurezas o quede buena parte de colorante sin separar. Se han trabajado diferentes tiempos de agitación, entre 30 y 60 minutos, según ensayos realizados por Mosquera y Jaramillo.

3.1.3.1.4 Velocidad de agitación. La velocidad se debe considerar porque a bajas velocidades se obtiene un mayor rendimiento. Por limitaciones de capacidad de equipo en el laboratorio, la mínima velocidad obtenida fue de 140 rpm; por lo tanto, esta variable se deja como un parámetro fijo en los ensayos iniciales.

3.1.3.1.5 pH. Cuando se desea que la presentación final del colorante sea en polvo, se requiere precipitar el colorante antes de filtrar; para lo cual se usa ácido sulfúrico. Se ha encontrado que el colorante a pH neutro es estable, pero que en un intervalo entre 2 – 2,5 se obtiene un mayor rendimiento (Jaramillo, 1992); por lo tanto, aunque este es un parámetro importante para controlar, no se considera como variable y se trabaja en un intervalo de pH fijo de 2 a 2,5.

3.1.3.1.6 Temperatura de secado. En estudios anteriores se ha encontrado experimentalmente que a temperaturas por encima de 60°C la bixina se degrada, disminuyéndose la calidad del colorante y el rendimiento del proceso (Jaramillo, 1992). Por lo tanto, ésta se maneja como un parámetro importante, establecido a 57°C.

3.1.4 Diseño de Experimentos

Los parámetros de operación del proceso para obtener el colorante del achiote se determinan por medio de un diseño estadístico de experimentos de tipo factorial, para encontrar las interacciones entre las variables que permitan obtener el mayor rendimiento en la obtención del colorante. El análisis de las variables se realiza con base en los resultados preliminares de este estudio y de los resultados obtenidos en trabajos anteriores (Jaramillo, 1992; Mosquera, 1989; Kalsec, 2004), y se decide que las variables que se deben usar, con sus respectivos niveles son:

Relación semilla-solvente: 1:2 y 1:3

Concentración del solvente (KOH): 1% p/v y 2% p/v (peso/volumen)

Tiempo de agitación: 30 min. y 45 min.

De acuerdo con las características del proceso, sus variables y respectivos niveles, resultan 8 experimentos diferentes, definidos como se muestra en la Tabla 1.

TABLA 1
Diseño de experimentos para el proceso de extracción

Experimento	Semilla/solvente	Concentración Solvente (p/v)	Tiempo de agitación (minutos)
1	1:2	2%	30
2	1:2	1%	30
3	1:3	2%	30
4	1:3	1%	30
5	1:2	2%	45
6	1:2	1%	45
7	1:3	2%	45
8	1:3	1%	45

3.1.4.1 Resultados del Diseño de Experimentos. Todos los experimentos necesarios según el Diseño de Experimentos para obtener el colorante del Achiote se realizan por duplicado, con 100 gramos de semilla fresca, con una humedad promedio del 13.2%, a una velocidad de agitación de 140 rpm, temperatura de secado a 57° C y tiempo de secado de la pasta de 5 a 6 horas en horno. Los resultados del proceso de extracción se muestran en la Tabla 2..

El diseño de experimentos realizado fue de tipo factorial. Los subtotales están representados por Y_{ijkl} , donde:

- i : Tiempo de agitación (1: 30 min; 2: 45 min)
- j : Relación Semilla/Solvente (1: 1:2; 2: 1:3)
- k : Concentración del solvente (1: 2% p/v); 2: 1% p/v)
- l : Número de repeticiones (1: Primera; 2: Segunda)

TABLA 2
Resultados del proceso de extracción

Relación Sem/Sol	Concentración solvente (p/v)	Tiempo de agitación (minutos)	pH	Peso de semilla sin colorante (g)	Peso total de colorante (g)
1:2	2%	30	2.46	91.52	7.52
1:2	2%	30	2.47	90.16	7.43
1:2	1%	30	2.43	94.33	4.05
1:2	1%	30	2.47	92.75	6.01
1:3	2%	30	2.5	93.90	6.67
1:3	2%	30	2.48	91.78	6.24
1:3	1%	30	2.47	90.85	6.33
1:3	1%	30	2.45	93.27	5.97
1:2	2%	45	2.47	93.97	5.91
1:2	2%	45	2.46	92.25	6.31
1:2	1%	45	2.45	93.11	4.20
1:2	1%	45	2.46	92.49	4.51
1:3	2%	45	2.49	88.98	7.96
1:3	2%	45	2.46	89.54	7.56
1:3	1%	45	2.43	90.44	7.23
1:3	1%	45	2.47	91.26	7.46

De la tabla 2 se puede observar que:

Al manejar relaciones de semilla/solvente de 1:3, se obtiene una mayor cantidad de colorante. Una razón para esta observación es que con esta relación es posible una mayor interacción de la solución con la semilla. Este resultado concuerda con la relación encontrada por Mosquera y Jaramillo en sus estudios. En un trabajo posterior se logra rebajar la agitación a 100 rpm, en un equipo diseñado especialmente para este propósito y con ayuda de centrifugación, en lugar de la simple filtración, se obtiene un rendimiento superior (Escobar, 2004).

Cuando la concentración de la solución de KOH es del 2% p/v, se obtiene mayor cantidad de colorante, sin despreciar los resultados con una concentración del solvente de 1% p/v.

El tiempo de agitación no es muy determinante en el proceso, puede decirse que se obtiene casi el mismo rendimiento; sin embargo, se observa, ligeramente, un mayor rendimiento durante 45 minutos.

La variedad de las semillas utilizada en los ensayos es la de cápsulas rojizas, en la cual el colorante representa el 8.2% en base seca. (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992). De la Tabla 2 puede decirse que el mayor rendimiento de la extracción del colorante es del 7.96%, obtenido en el experimento 13; por lo tanto la eficiencia total del proceso es del 97%.

Análisis de Varianza: Por medio del análisis estadístico se determina la importancia que tiene cada una de las variables en el proceso de extracción del colorante y cuál es el efecto de sus interacciones (Tabla 3).

TABLA 3
Tabla ANDEVA

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F ₀	FCrítico
Tiempo agitac.	0,0524	1	0,0524	0,1806	8,3895
Sem/Solv	5,6198	1	5,6198	19,3657	8,3895
Concentración	6,0436	1	6,0436	20,8259	8,3895
Tiemp*Sem/Sol	5,1571	1	5,1571	17,7710	8,3895
Tiemp*Concent.	0,0841	1	0,0841	0,2896	8,3895
Sem/Sol*Conc	3,0263	1	3,0263	10,4284	8,3895
T*Se/Sol*Conc	0,1601	1	0,1601	0,5516	8,3895
ERROR	2,32	8	0,2902		
TOTAL	22,4649	15			

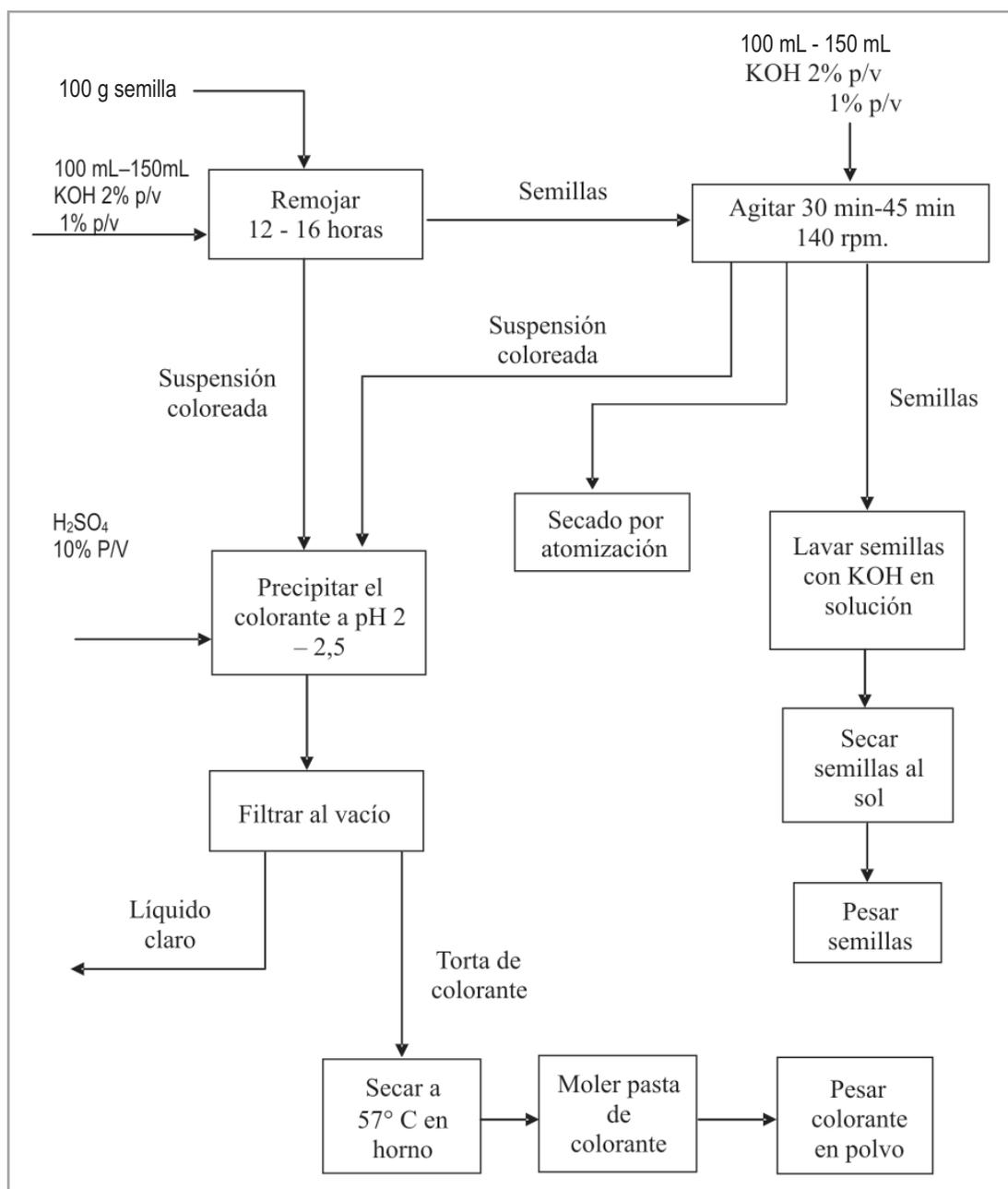
Comparando los valores obtenidos de F₀ con Fcrítico, en la Tabla 3, se observa que de las variables que intervienen en el proceso y sus interacciones, todas son significativas, a excepción del tiempo de agitación, la interacción tiempo de agitación con concentración del solvente y la interacción triple; es decir, que todas las restantes tienen un efecto importante sobre los resultados, y es la concentración del solvente la más significativa, seguida por un valor muy cercano de la relación semilla/solvente.

De la interacción entre el tiempo de agitación y la concentración del solvente, el mejor rendimiento de colorante se obtuvo en 45 minutos de agitación y una concentración del solvente de 2 % p/v de KOH, porque la

concentración del solvente tiene la mayor incidencia sobre los resultados y el tiempo de agitación puede no ser tan significativo, aunque si la velocidad de agitación como se encontró posteriormente.

Con base en los resultados del análisis estadístico de los datos se construye el Diagrama de Flujo de Bloques (BFD) del proceso para obtener el colorante del achiote. Debe observarse que la solución coloreada se puede precipitar con ácido sulfúrico, o mejor se puede secar por atomización, para obtener un polvo sin contaminación alguna (Figura 1).

FIGURA 1
Diagrama de bloques del proceso para ensayos en el laboratorio



3.2 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE DE LA CÁSCARA DEL PLÁTANO HARTÓN (LONDOÑO, 2003)

A partir de ensayos preliminares para el proceso de extracción sólido-líquido se escoge poner la cáscara seca y molida dentro de un filtro de tela. Este método facilita el manejo del material y elimina la filtración antes de la centrifugación, para eliminar cualquier partícula sólida que quede en suspensión. Además, se limita el consumo de agua en el proceso y se puede controlar la temperatura para evitar la degradación del colorante.

FIGURA 2
Extracción de colorante de la Cáscara del Plátano hartón



3.2.1 Variables del Proceso de extracción

Por medio de los ensayos preliminares se determina la importancia en el proceso de algunas de sus posibles variables, a saber:

3.2.1.1 Tipo de solvente. Una vez seleccionado el método de extracción, se realizan pruebas con diferentes solventes para identificar el solvente que produzca el mayor rendimiento. No se emplean solventes orgánicos como el cloroformo, benceno o hexano, porque uno de los posibles usos del colorante es en la industria alimenticia.

Las soluciones resultantes presentan una coloración más fuerte cuando el proceso de extracción se realiza con soluciones básicas, lo que implica una concentración más alta de colorante. La extracción realizada con agua presenta color pero la turbidez de la solución resultante, a simple vista, es mucho menor que la de las extracciones realizadas en medio básico, por esta razón se considera baja la concentración del colorante en esta solución (Tabla 4).

TABLA 4
Solventes empleados para la extracción sólido-líquido

Solvente	Resultados
Solución básica (NaOH)	Alta concentración del colorante
Solución básica (KOH)	Alta concentración del colorante
Solución ácida (H_2SO_4)	Extracción nula del colorante
Etanol – Agua	Extracción nula del colorante
Etanol – Agua – NaOH	Media concentración del colorante
Agua	Baja concentración del colorante

Después de estos ensayos se realizan pruebas de tinción para comparar la eficacia de los colorantes extraídos con agua y con hidróxido de sodio en solución. La obtención del colorante con agua facilita su aplicación en la industria alimenticia, si se compara con un colorante extraído con una solución básica. Para las pruebas de tinción se emplean mordientes convencionales de la industria textil, esto es, compuestos inorgánicos. Los resultados y sus respectivos colores se presentan en la Tabla 5.

Al encontrar que las soluciones básicas son las que mejor desempeño presentan, tanto en la extracción como en la tinción, y por razones económicas, se selecciona la solución de NaOH como el solvente extractor.

TABLA 5
Ensayos preliminares de tinción

SOLVENTE	MORDIENTE		
	ALUMBRE	SULFATO DE COBRE	SULFATO FERROSO
Agua			
	Ninguno	Crema	Crema
Solución NaOH			
	Ninguno	Café	Amarillo-naranja

3.2.1.2 Concentración del solvente.

Una vez seleccionado el solvente para la extracción, se realizan varios ensayos con diferentes concentraciones para analizar la capacidad de extracción. Se observa que a muy altas concentraciones del solvente (solución de NaOH 2 N), hay disolución de la cáscara y que a concentraciones inferiores a 0,25 N se obtiene una solución coloreada, sin sólidos en suspensión.

3.2.1.3 Tamaño de la partícula.

El tamaño de partícula empleado en los ensayos preliminares da buen rendimiento y además de incrementar la superficie de contacto no obstruye el filtro de tela.: cáscara deshidratada después de la molienda y su posterior tamizado (malla 4 hasta malla 30).

3.2.1.4 Relación sólido/solvente.

Se debe tener en cuenta la cantidad de cáscara por volumen de solvente extractor para evaluar la extracción con diferentes volúmenes de solvente. Los ensayos preliminares sugieren manejar tres relaciones, en gramos de cáscara por mililitros de solvente, para un adecuado diseño de experimentos.

3.2.1.5 Temperatura de extracción.

Como se menciona en la bibliografía (Semarnat, 2003, UBC, 2003), la temperatura de extracción debe estar entre 50 y 100° C. A mayor temperatura aumenta la velocidad de extracción, pero si esta sobrepasa los 100° C ocurre la disolución de la celulosa presente en la cáscara y además la evaporación del agua, lo cual conduce a la concentración de la solución básica y a la degradación del colorante. En otros trabajos se encontró que la temperatura para los colorantes naturales no debe ser superior a 70 – 75° C.

3.2.1.6 Tiempo de extracción.

La extracción comienza desde el instante en que el solvente hace contacto con el sólido y se observa que un tiempo de 2 horas es demasiado para este proceso, porque no se presentan cambios notables durante los últimos 30 minutos.

3.2.2 Diseño de Experimentos

Para definir las condiciones de operación que permitan el mayor rendimiento en el proceso de extracción se hace un completo análisis de las variables críticas, así como de las interacciones

que ocurren entre ellas y los intervalos para los que verdaderamente son representativas con ayuda del diseño de experimentos seleccionado que incluye las variables que afectan el proceso de forma significativa.

De acuerdo con los ensayos preliminares, para cada una de estas variables se seleccionan tres niveles para poder apreciar el fenómeno en un mayor intervalo de posibilidades. Para este diseño, las variables más importantes y sus respectivos niveles son:

- Temperatura: 50, 65 y 80° C.
- Tiempo: 30, 60, 90 minutos
- Concentración de NaOH en el solvente: 0.05, 0.15 y 0.25 N (eq-g / L sln)
- Relación sólido / solvente: 0.025, 0.0375 y 0.05 p/v

La variable de respuesta que sirve para definir las condiciones de operación es el porcentaje de peso

sólido de colorante extraído en cada solución, en los ensayos del diseño de experimentos.

Estas variables y las restricciones, principalmente el tiempo, sugieren el Diseño de Superficie de Respuesta (Montgomery, 1991). Se selecciona específicamente el Draper Lin Small Composite Design de Cara Centrada, como el modelo que se utiliza. Este diseño presenta un nivel de confiabilidad similar al del modelo factorial (incluyendo todas las interacciones entre variables) pero con un número de ensayos inferior, lo cual facilita hacer replicas de los ensayos para eliminar el ruido y representa una ventaja en cuanto a costos de realización.

El diseño de experimentos para el proceso de extracción del colorante de la cáscara del plátano hartón y su respectivo análisis de resultados se realizan con la ayuda del software Statgraphics-Plus V 5.0 empleando muestras con un 84,8% de humedad, en promedio. De este diseño resultan 18 experimentos que se presentan en la Tabla 6.

TABLA 6
Diseño de Experimentos

Ensayo	Temperatura (° C)	Tiempo (min.)	[NaOH] [N]	Relación solut/ solvte
1	50	30	0.05	0.025
2	80	30	0.05	0.05
3	65	60	0.15	0.05
4	65	90	0.15	0.0375
5	65	60	0.15	0.0375
6	50	60	0.15	0.0375
7	65	60	0.05	0.0375
8	80	90	0.05	0.025
9	50	90	0.05	0.05
10	80	90	0.25	0.025
11	80	30	0.25	0.05
12	50	30	0.25	0.025
13	65	30	0.15	0.0375
14	65	60	0.15	0.0375
15	80	60	0.15	0.0375

Después de cada extracción los extractos se someten a centrifugación (3000 rpm por 10 minutos), posteriormente se toman 4 mL de cada uno y se secan completamente en el secador (SARTORIUS BP 301S) a 100° C por 2 horas con el fin de obtener resultados de forma rápida.

Para las variables seleccionadas y sus respectivos niveles se obtienen los siguientes resultados para el porcentaje de sólido extraído (Tabla 7).

TABLA 7
Resultados del proceso de extracción

Ensayo	Temperatura (° C)	Tiempo (min.)	[NaOH] [N]	Relación sólido/slvte	Resultado % sólido	Replica % sólido
1	50	30	0.05	0.025	0.94	1.08
2	80	30	0.05	0.05	2.81	1.74
3	65	60	0.15	0.05	3.20	2.88
4	65	90	0.15	0.0375	2.93	3.13
5	65	60	0.15	0.0375	2.72	2.60
6	50	60	0.15	0.0375	2.03	2.05
7	65	60	0.05	0.0375	1.19	1.18
8	80	90	0.05	0.025	1.35	1.28
9	50	90	0.05	0.05	1.38	1.59
10	80	90	0.25	0.025	3.13	2.79
11	80	30	0.25	0.05	4.34	3.89
12	50	30	0.25	0.025	2.89	2.04
13	65	30	0.15	0.0375	2.18	2.16
14	65	60	0.15	0.0375	2.73	2.89
15	80	60	0.15	0.0375	3.09	2.92
16	50	90	0.25	0.05	3.44	3.34
17	65	60	0.15	0.025	1.88	1.90
18	65	60	0.25	0.0375	2.01	3.18

De lo observado durante los experimentos y considerando los valores encontrados para % de sólido se induce que:

En los ensayos con concentraciones altas de solvente (0.25 N) se presenta un valor superior de porcentaje de sólido, posiblemente debido a una mayor degradación de la celulosa de la cáscara en NaOH. En la solución resultante se observa presencia de sólidos suspendidos de carácter fibroso. Por esta razón se descartan las pruebas realizadas con esta concentración de solvente.

Las mayores temperaturas, aunque no producen porcentajes elevados del sólido extraído, influyen también de forma significativa en la descomposición

de la cáscara y por esta razón es preferible no tenerlas en cuenta.

Al realizar los ensayos, se puede observar que a temperaturas de operación bajas (50° C) la extracción del colorante es más lenta, lo cual hace pensar que se requieren tiempos de operación mayores.

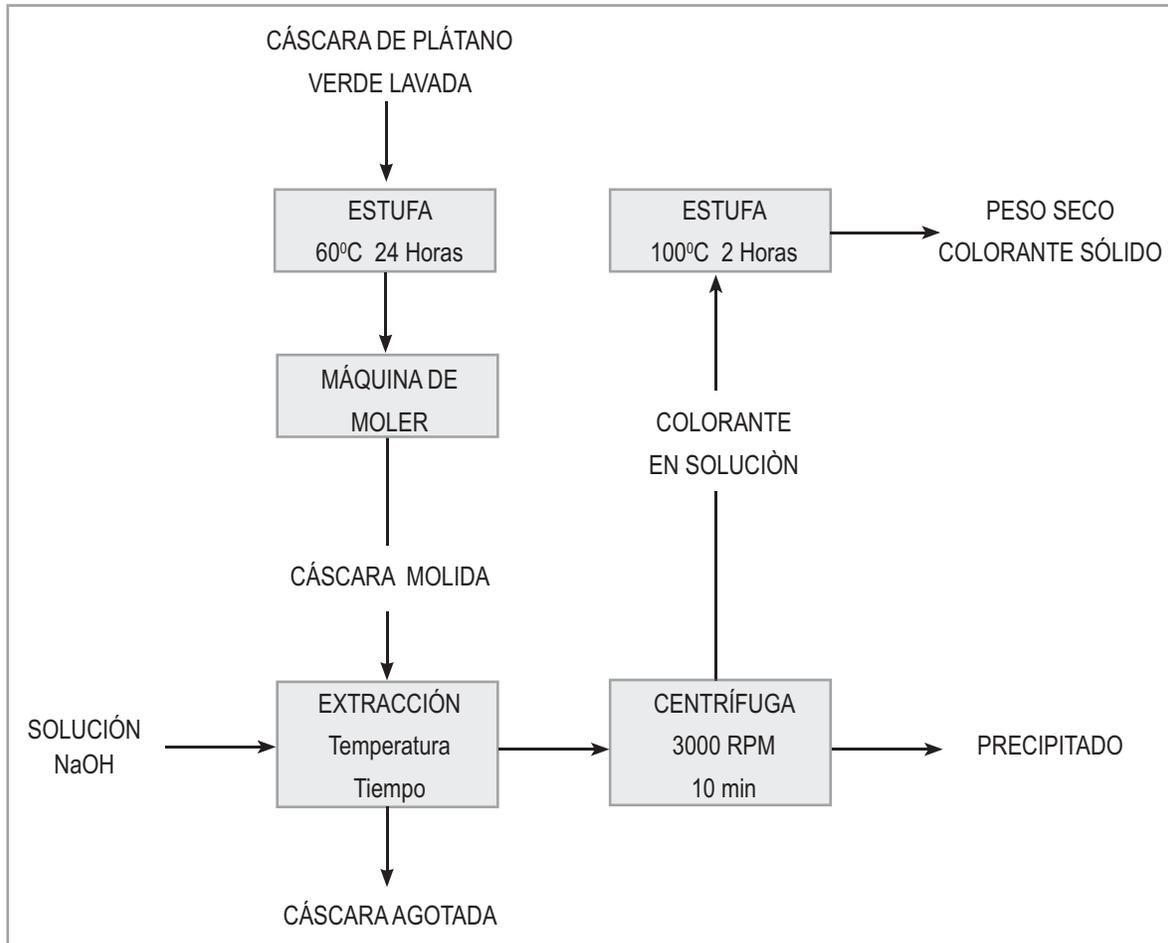
Para relaciones de sólido / solvente de 0.025 (10 g cáscara / 400 mL de solución) se obtiene porcentajes de sólidos considerablemente inferiores. Debido a la poca eficiencia, se descarta esta condición.

En general, el tiempo de extracción de 30 minutos no arroja buenos resultados de porcentaje de sólidos, aunque el ensayo # 11 demuestra lo contrario. En

este ensayo se trabaja con la máxima concentración (0.25 N), máxima temperatura (80° C) y máxima relación sólido / solvente (0.05 p/v).

La figura 3 muestra el diagrama de bloques del proceso experimental realizado en los laboratorios de Ingeniería de Procesos de la Universidad EAFIT.

FIGURA 3
Diagrama de bloques del proceso experimental



Análisis de Varianza: Para realizar el análisis de los resultados del diseño de experimentos se toman los valores promedio del porcentaje de peso sólido de cada ensayo, y con el software Statgraphics-Plus V 5.0. se encuentran las diferentes relaciones entre las variables críticas del proceso.

En la Tabla de Análisis de Varianza se observa que las cuatro variables son significativas para el proceso, además la interacción entre la temperatura y la relación sólido/solvente también influyen en los resultados. Todas estas fuentes tienen valores de P inferiores a 0.05, lo cual significa que, con un nivel de confiabilidad del 95%, es posible asegurar su relevancia para el estudio. (Tabla 8).

TABLA 8
Análisis de varianza

Fuente	Suma de Cuadrados	DF	Media Cuadrada	Índice- F	Valor - P
A: Temperatura	0.931225	1	0.931225	8.05	0.0102
B: Tiempo	0.7396	1	0.7396	6.39	0.0200
C: NaOH	13.629	1	13.629	117.75	0.0000
D: Sólido/solvente	1.3225	1	1.3225	11.43	0.0030
AA	0.0737755	1	0.0737755	0.64	0.4340
AB	0.0588613	1	0.0588613	0.51	0.4840
AC	0.00390625	1	0.00390625	0.03	0.8561
AD	0.863201	1	0.863201	7.46	0.0129
BB	0.19868	1	0.19868	1.72	0.2050
BC	0.0162563	1	0.0162563	0.14	0.7118
BD	0.119351	1	0.119351	1.03	0.3220
CC	1.32116	1	1.32116	11.41	0.0030
CD	0.104006	1	0.104006	0.90	0.3545
DD	0.0202868	1	0.0202868	0.18	0.6799
Bloques	0.0711111	1	0.0711111	0.61	0.4423
Error total	2.31498	20	2.31498		

Error cuadrático	90.7582 %
Error cuadrático ajustado	84.5971%
Durbin-Watson	1.60275 (P=0.1415)

El error cuadrático estadístico indica que el modelo ajustado explica en un 90.7582% la variabilidad del porcentaje de peso seco. El error cuadrático ajustado, que es más recomendable para comparar modelos con diferente número de variables independientes, es 84.5971%.

La prueba **Durbin-Watson** evalúa los residuos para determinar si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el que se llevan a cabo los experimentos. Para este caso este dato no es representativo.

Lo anterior también se puede observar mediante el gráfico de Pareto que muestra la importancia relativa de las variables en el proceso (Figura 4).

Al ingresar los valores obtenidos para las variables, el programa establece una concentración de solvente de 0.15 N de NaOH y una relación sólido / solvente de 0.0375 para determinar un valor óptimo para la variable de respuesta. Una vez fijados estos valores y elaborada la superficie de respuesta (Figura 5) se observa como las variables tiempo y temperatura afectan el proceso, así que se emplea una temperatura de extracción de 65° C durante 90 minutos.. Se puede apreciar claramente que el tiempo influye más que la temperatura cuando se quiere obtener un mayor porcentaje de sólidos.

FIGURA 4
Gráfico de Pareto estandarizado para porcentaje de sólido

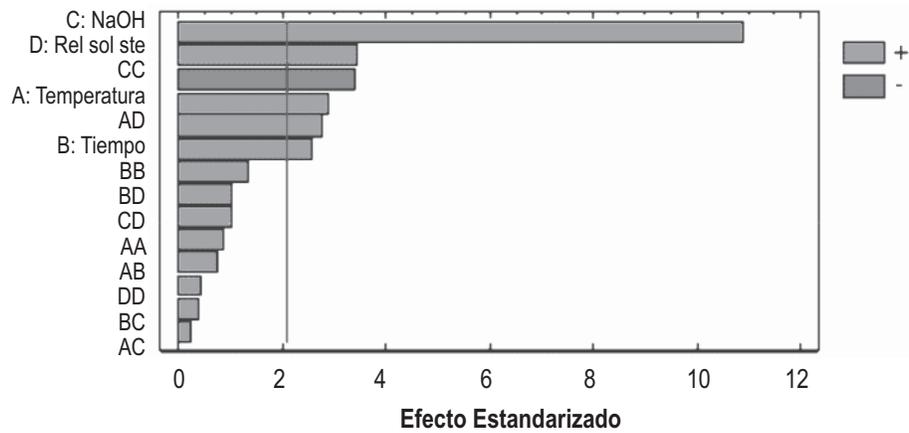
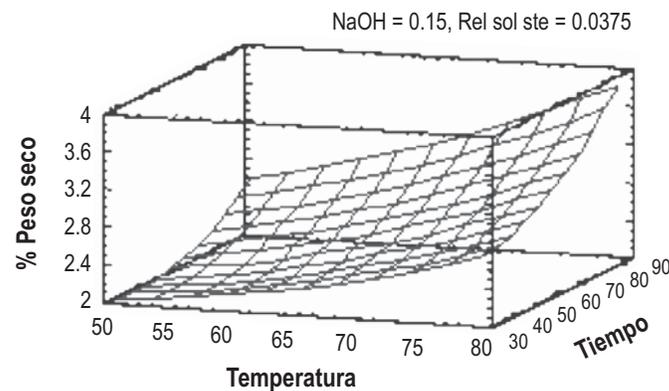


FIGURA 5
Superficie de respuesta estimada



3.3 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE DE LA SEMILLA DEL AGUACATE (SALDARRIAGA, 2002)

Para extraer el colorante de las semillas del aguacate, éstas se lavan previamente para retirar los restos de pulpa y otras impurezas, para luego molerlas en un molino de discos con el fin de obtener una masa de consistencia pastosa. Esta masa se pone en contacto con el solvente en el tanque de extracción, a temperatura moderada (menor de 100° C) que prevenga la degradación del colorante. Para obtener el mayor rendimiento posible deben

determinarse la relación sólido-solvente y el tiempo de agitación. La solución obtenida se filtra con ayuda de una tela elástica para obtener el colorante en solución muy diluida y una torta de semilla como residuo. Esta solución se concentra y luego se evapora a sequedad para conocer el contenido de sólidos en ella.

3.3.1 Variables del proceso de extracción

Este proceso como otros similares tiene diferentes variables, unas más importantes que

otras, pero las que de verdad intervienen de manera fundamental son: concentración de la solución, acidez (pH), tiempo de la extracción, relación sólido-solvente y temperatura del proceso.

3.3.1.1 Selección del solvente. Debido que se desconoce la naturaleza del colorante, se hace necesaria una marcha analítica para determinar el solvente que se debe utilizar. Al analizar varios solventes orgánicos e inorgánicos se selecciona NaOH en solución, porque produce la mayor concentración del colorante. Lo cual se puede apreciar mejor en la tabla 9.

3.3.1.2 Concentración de NaOH en la solución acuosa. Debido a la importancia de la concentración de NaOH en la solución, porque a altas concentraciones se favorece la disolución de la celulosa de la semilla en el solvente y a bajas disminuye el rendimiento de la extracción, esta variable forma parte de las que se deben considerar.

Al no poseer valores aproximados, se utilizan datos bibliográficos de extracciones análogas como la del achiote, junto con ensayos de prueba-error para obtener un valor que produzca la mayor concentración en la operación como se observa en la tabla 10 (Saldarriaga, 2001).

TABLA 9
Solventes utilizados

Solvente	Resultado
Éter Etílico	Extracción nula
Tetracloruro de carbono	Extracción nula
Acetona	Extracción nula
Etanol	Baja concentración, color rojizo
Agua	Baja concentración, incoloro
Solución acuosa NaOH	Alta concentración, color café
Solución acuosa HCl	Muy baja concentración

TABLA 10
Ensayo prueba-error para concentración de NaOH

Concentración NaOH g/Lt	pH	Solución coloreada
10	13,4	Alta concentración, presenta sólidos
5	13,09	Alta concentración
2,5	12,8	Media concentración
12,5	12,5	Baja concentración

3.3.1.3 Relación sólido-solvente. Variable fundamental para el proceso, porque indica el volumen de solvente que se debe utilizar según la cantidad en peso de semilla. Se prosigue entonces con la misma metodología de la concentración de NaOH. Se pueden detallar mejor los ensayos prueba-error observando la tabla 11.

TABLA 11
Ensayo prueba-error para relación sólido-solvente

Relación	Solución coloreada
0,5	Muy espesa, buena concentración
0,2	Espesa, buena concentración
0,125	Líquida, buena concentración
0,16117	Líquida, buena concentración
0,08334	Líquida, buena concentración

3.3.1.4 Temperatura de extracción.

La temperatura también afecta el rendimiento del proceso de manera apreciable, porque a medida que aumenta la temperatura también se incrementa la eficiencia de la extracción. Con base en bibliografía de extracciones de colorantes naturales se selecciona el intervalo de 50-100° C (Semarnat, 2002; Pifferi, 1979; Warmi, 2002) para evitar posible degradación del producto.

3.3.1.5 Tiempo de extracción.

El tiempo en el cual ocurre la extracción también afecta sensiblemente el rendimiento del proceso, porque aunque al aumentar el tiempo hay tendencia a incrementar la eficiencia de la extracción, al excederse se promueve la disolución de la celulosa de la semilla en el solvente. Ensayos posteriores a dos horas revelan una considerable disolución de la celulosa.

3.3.1.6 Tamaño de partícula. Es el tamaño al cual quedan reducidas las partículas después de ser molidas, su efecto en el proceso de extracción no es muy visible, pero en la fase de separación su tamaño es decisivo para facilitar la operación; como no se encuentran referencias acerca de esto se define mediante el ensayo de prueba-error.

3.3.1.7 Temperatura de evaporación.

La temperatura de evaporación es un factor también llamado a ser crítico, debido a la sensibilidad del colorante a las altas temperaturas, por lo cual se debe tener sumo cuidado en su manipulación para no degradar sus componentes. La bibliografía consultada propone temperaturas de hasta 40° C al vacío, pero este factor depende de la temperatura de extracción (Pifferi, 1979; Phillip, 1976).

3.3.2 Diseño de experimentos

Para definir los parámetros del proceso que permitan obtener un mayor rendimiento de la extracción, se hace un diseño experimental que incluye las variables obtenidas de los ensayos

preliminares y que verdaderamente afectan el proceso. Para lograrlo se realiza un análisis completo de las variables críticas del proceso, como también de las interacciones que ocurren entre ellas y en los niveles que verdaderamente son determinantes.

Con base en los ensayos preliminares de prueba-error y en la bibliografía, se llega a la conclusión de utilizar las siguientes variables y sus correspondientes niveles:

- Relaciones sólido-solvente: 0.2, 0.125 y 0.05.
- Temperaturas de extracción: 50° C, 75° C y 100° C.
- Tiempo de extracción: 30 min, 75 min y 120 min.

Los experimentos se realizan dejando constantes los siguientes parámetros:

- Concentración de NaOH en el solvente: 0.5% Peso/Volumen (pH de 13).
- Tamaño de partícula: mayor a malla # 20 (600 μ m).
- Temperatura de evaporación: 75° C al vacío.

De acuerdo con las características que presenta el proceso, sus variables y los respectivos niveles, también se selecciona el Diseño Experimental de Superficie de Respuesta (Montgomery, 1991). De este diseño resultan 15 experimentos que se llevan a cabo con muestras de semilla de aguacate de humedad 18.0% en promedio (Tabla 12).

Al elegir el diseño de experimentos de superficie de respuesta, se escoge más específicamente el de Box-Behnken, porque presenta el mismo nivel de confiabilidad del diseño factorial (incluyendo las interacciones entre las variables), pero con mucho menor número de ensayos, lo que permite hacer una réplica de los ensayos para eliminar incongruencias, y por otro lado disminuye los costos de tiempo y dinero invertidos allí.

Tanto los análisis de los resultados como el diseño experimental se hacen mediante el software Statgraphics-Plus V 5.0.

Análisis de Varianza. El análisis de significancia en la Tabla Andeva muestra que la relación sólido-solvente y el tiempo, son las variables de mayor influencia en las condiciones de proceso; así como las interacciones entre tiempo y relación sólido-solvente. La temperatura queda muy cerca del nivel de significancia, pero no lo sobrepasa (Tabla 13).

TABLA 12
Diseño de experimentos

Ensayo	Tiempo (Minutos)	Temperatura (°C)	Sólido /solvente
1	75	100	0.2
2	120	100	0.125
3	120	75	0.2
4	75	50	0.05
5	75	50	0.2
6	75	75	0.125
7	30	75	0.05
8	120	75	0.05
9	75	75	0.125
10	30	75	0.2
11	75	100	0.05
12	30	100	0.125
13	120	50	0.125
14	30	50	0.125
15	75	75	0.125

TABLA 13
Análisis de varianza

Fuente	Suma de Cuadrados	DF	Media Cuadrada	Índice-F	Valor-P
A: Tiempo	331,24	1	331,24	12,96	0,0019
B: Temperatura	75,69	1	75,69	2,96	0,1015
C: Solido/solvente	2079,36	1	2079,36	81,38	0,0000
AA	1,1449	1	1,1449	0,04	0,8346
AB	7,41125	1	7,41125	0,29	0,5964
AC	86,4612	1	86,4612	3,38	0,0815
BB	15,6603	1	15,6603	0,61	0,4433
BC	24,8512	1	24,8512	0,97	0,3364
CC	330,877	1	330,877	12,95	0,0000
Bloques	10,6803	1	10,6803	0,42	0,0019
Error total	25,5512	19	25,5512		
R-cuadrado	85,9727				
Durbin-Watson	1,876				

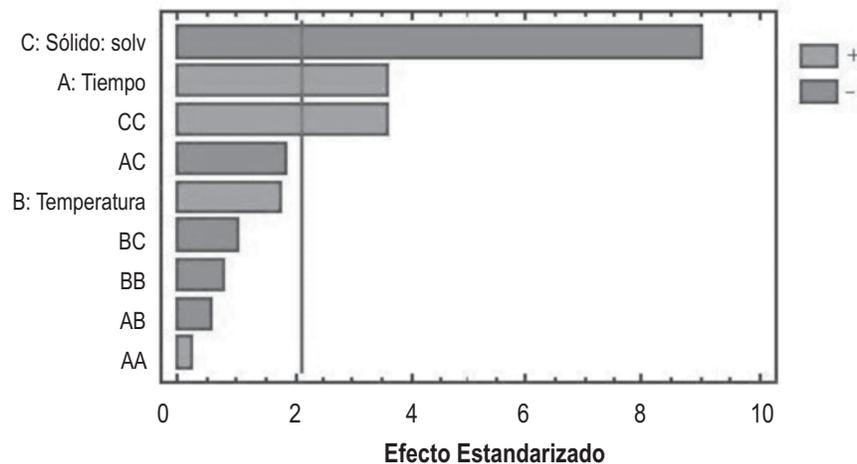
En esta tabla el nivel de significancia está dado por un valor-P menor de 0.05, lo cual indica que hay significancia desde cero hasta un 95% del nivel de confiabilidad, en cada una de las variables.

El error cuadrado indica que el modelo fijado explica el 85.97% de la variabilidad en el porcentaje de extracción.

La prueba Durbin-Watson determina si hay alguna correlación significativa basada en el orden en el cual se introdujo el archivo de análisis, valores por encima de 0.05 indican ninguna correlación que es lo que pasa en este caso.

En la gráfica de Pareto se puede observar la incidencia de las variables en el proceso de extracción (Figura 6).

FIGURA 6
Gráfica Estandarizada de Pareto

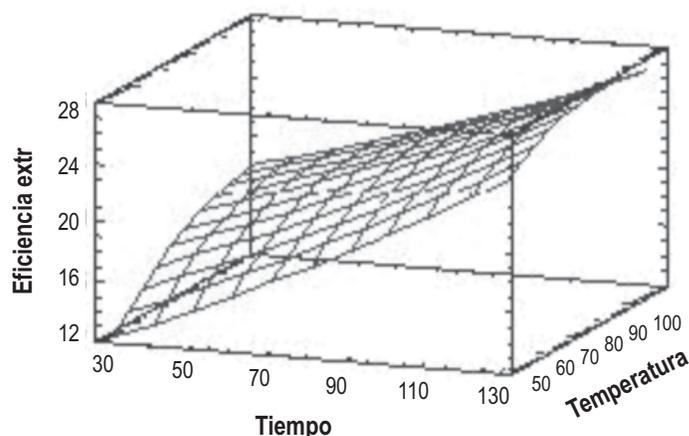


3.3.2.1 Coeficientes de regresión para la eficiencia. La tabla de regresión (Tabla 14), muestra los coeficientes de la ecuación a la que se ajusta la eficiencia del proceso de extracción. Los valores de las variables están en sus unidades originales, también se puede apreciar mejor en la gráfica de superficie de respuesta figura 7. Se puede observar la influencia negativa del coeficiente sólido-solvente, que contrasta con los positivos de la temperatura y tiempo.

TABLA 14
Coeficientes de regresión

Coeficiente	Valor
Constante	9,61597
A: Tiempo	0,25787
B: Temperatura	0,618167
C: Solido/solvente	-305,944
AA	0,0001944
AB	-0,000856
AC	-0,974074
BB	-0,00233
BC	-0,94
CC	1190

FIGURA 7
Gráfica de superficie de respuesta



Con la cual se pueden inferir valores para diferentes condiciones de proceso con una correlación de 85.9727%.

3.3.2.2 Optimización de la respuesta. Con los coeficientes de regresión, se puede buscar la respuesta óptima dentro de los valores encontrados en los ensayos planteados según el Diseño de Experimentos (Tabla 15).

TABLA 15
Valores óptimos para la extracción del colorante de la semilla del Aguacate

Variable	Límite inferior	Límite superior	Óptimo
Tiempo	30	120	120
Temperatura	50	100	100
Solido/solvente	0,05	0,2	0,05

Aunque el valor óptimo sugerido para la temperatura en la Tabla 15 es 100° C, pero se observa que ésta no es una variable significativa y por lo tanto es mejor usar una temperatura más baja para evitar posible degradación del producto obtenido.

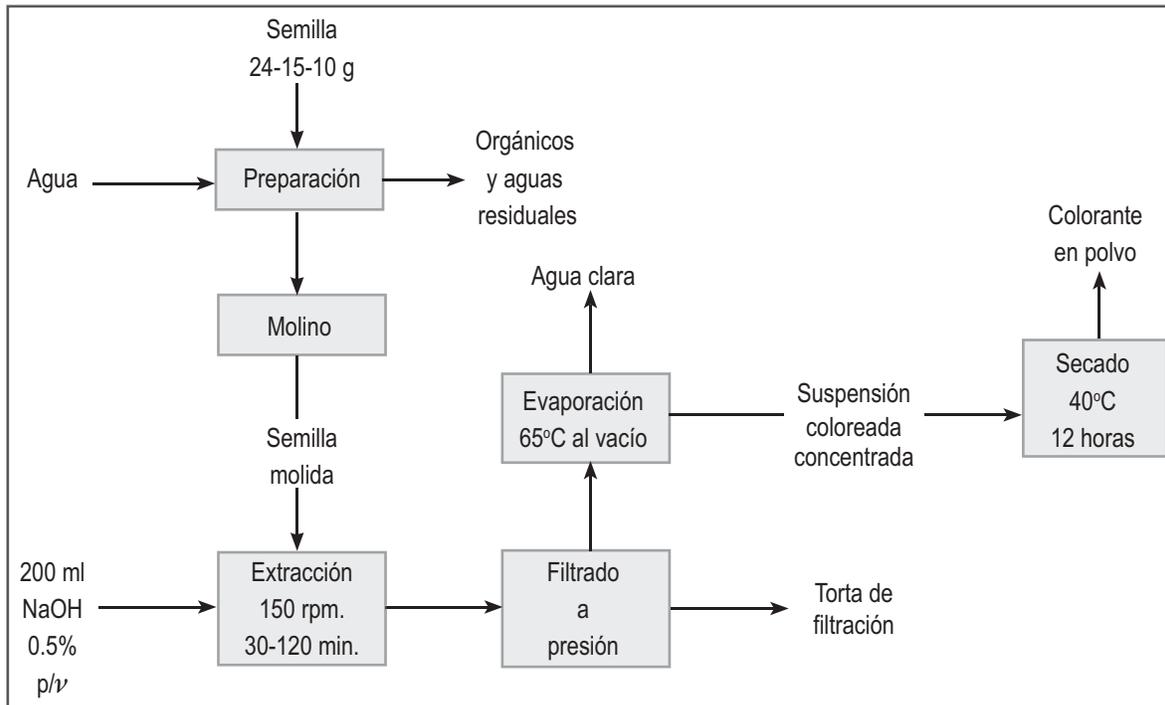
Por lo tanto un cambio de 100° C a 65° C no afecta mucho en cuanto a eficiencia, pero la alta temperatura si aumenta el nivel de riesgo de degradación del colorante, además de aumentar el consumo energético. Por esta razón se decide cambiar el valor de temperatura a 65° C, los otros dos factores se dejan tal como se muestra en la tabla 15.

TABLA 16
Seguimiento a la temperatura

B: Temperatura	Eficiencia
100	48,7437476
95	48,6729962
90	48,4857448
85	48,1819934
80	47,761742
75	47,2249906
70	46,5717392
65	45,8019878
60	44,9157364
59	44,72450612
58	44,52861584
57	44,32806556

Con base en los resultados obtenidos según el Diseño de Experimentos, se elabora el diagrama de bloques (BFD) para el proceso de extracción de la semilla del aguacate. (Figura 8).

FIGURA 8
Diagrama de bloques para el proceso de extracción



3.4 EXTRACCIÓN DEL COLORANTE DE LAS HOJAS DEL HELECHO (BRACHO, 2003)

Con el fin de obtener el colorante de las hojas del helecho se hacen pruebas preliminares que definen las variables que más influyen en el proceso de extracción sólido-líquido del colorante. Esta experimentación preliminar permite garantizar, con la ayuda de las pruebas exploratorias de tinción, que se obtiene el colorante. El método de extracción seleccionado fue la lixiviación con bolsas de tela por su facilidad de escalado, control de condiciones de operación y puesta a punto, además de su corto tiempo de extracción en comparación con los otros dos métodos ensayados, a saber, extracción con Soxhlet y extracción en columna (Pérez, 2001).

3.4.1 Variables del proceso de extracción

3.4.1.1 Selección del solvente. En la literatura consultada no se encuentran referencias acerca del tipo de colorante presente en el helecho común, sin embargo, como se tiene la sospecha de que es una antocianina y como éstas son solubles en soluciones polares, se ensayan solventes que por su facilidad de adquisición y bajo costo pueden utilizarse para extraer el colorante. Para la selección del solvente extractor se hace un análisis cualitativo basado en la tonalidad del extracto.

Los ensayos se realizan de la siguiente manera: Remoción manual de tallo del material vegetal. Mezcla de 50 g de material vegetal con 300 mL de

solvente en un vaso de precipitados de 800 mL. El calentamiento se hace directamente sobre una parrilla eléctrica. En la tabla 17 se muestran los resultados obtenidos con cinco solventes en cuanto al color de la solución extraída.

TABLA 17
Resultados para la selección del solvente

Solvente	Color soln extraída
Agua	Verde claro
Etanol 20% v/v	Verde oscuro
NaOH 0,5% p/v	Café
KOH 0,5% p/v	Negro

Nota: La solución etanol – KOH 20% v/v contiene 0.5 gramos de KOH por cada 100 ml de etanol y 500 ml de agua.

Aunque el agua es el solvente más económico y fácil de conseguir, se descarta al igual que el etanol porque el extracto que se obtiene es verdoso y muy probablemente lo que se extrae es clorofila.

El solvente seleccionado es la solución acuosa de KOH, porque se obtiene una solución más oscura que con la solución etanol – KOH y con la solución de NaOH.

3.4.1.2 Temperatura de extracción.

Teniendo en cuenta que generalmente a mayor temperatura, aumenta la solubilidad del soluto en el solvente durante la lixiviación y, en consecuencia, la eficiencia de extracción, se hacen experimentos exploratorios con el fin de determinar si en realidad es necesario calentar. Estos experimentos se realizan a 60° C para evitar temperaturas mayores que pueden degradar las antocianinas. Para determinar si se necesita calentar o no se hace un análisis cualitativo basado en el color del extracto y el tiempo de extracción.

Los ensayos se hacen así: remoción manual de tallo del material vegetal; mezcla de 50 g de material vegetal con 300 mL KOH al 0.5% p/v en dos vasos de precipitados de 800 mL. Calentamiento en la estufa HERAEUS UT – 6 de uno de los vasos de precipitados a 60° C. La comparación de los resultados se muestra en la tabla 18.

TABLA 18
Resultados para la temperatura de extracción

Tratamiento	Color	Tiempo de extracción
Sin calentar	Café claro	Mayor
Con calentamiento	Negro	Menor

Es necesario calentar porque se obtiene una mayor coloración y el tiempo de extracción es menor que si no se calentara.

3.4.1.3 Tamaño de la partícula. Teniendo en cuenta que a menor tamaño de partícula del sólido en la lixiviación hay una mayor área de contacto con el solvente extractor, se realizan ensayos exploratorios para establecer si es necesario moler el material vegetal. Para esto se hace un análisis cuantitativo mediante el cálculo de la concentración de sólidos en el extracto.

$$\text{Concentración} = \frac{\text{g sólido}}{\text{g sólido} + \text{g solvente}} \times 100\% \quad (\text{Ec 1})$$

Los ensayos, por triplicado, se hacen de la siguiente manera: remoción manual de tallo del material vegetal; molienda de parte del material vegetal en un molino de discos. Tamizado del material molido. Mezcla de 50 g de material vegetal con 300 mL de KOH al 0.5% p/v en dos vasos de precipitado de 800 mL. Calentamiento sobre una parrilla a 60° C. Evaporación de solvente en la estufa HERAEUS UT – 6 a 100° C.

TABLA 19
Resultados para el tamaño de partícula

Tratamiento	Concentración de sólidos (%)		
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
Sin moler	0,9	1,1	0,8
Molido	1,6	1,4	1,5

De la tabla 19 se deduce que es necesario moler el material para obtener mayores rendimientos en la extracción. La molienda con el molino de discos produce la granulometría que aparece en la tabla 20.

TABLA 20
Resultados de la granulometría

Malla	Peso (g)	Fracción retenida (%)	A.G.A. por menores (%)
8	0,6	0,5474	100
16	2,7	2,464	99,45
30	28,3	25,82	96,99
50	37,3	34,03	71,17
100	13,8	12,59	37,14
200	15,8	14,42	24,55
Colector	11,1	10,13	10,13
Total	109,6	100	-

Notas: - A.G.A.: Análisis Granulométrico Acumulado.
- Se tamizó una muestra de 110.2 g de material vegetal molido.

El 96.99% de las partículas tienen un diámetro menor a 0.991 mm.

3.4.1.4 Tiempo de extracción. Teniendo en cuenta que a mayor tiempo se favorece la extracción, se procede a hacer ensayos exploratorios con el fin de determinar un intervalo aproximado de tiempo de extracción eficiente en el que se obtenga la mayor cantidad de colorante. Se hace un análisis cuantitativo basado en la concentración de sólidos en el extracto (ver Ec 1).

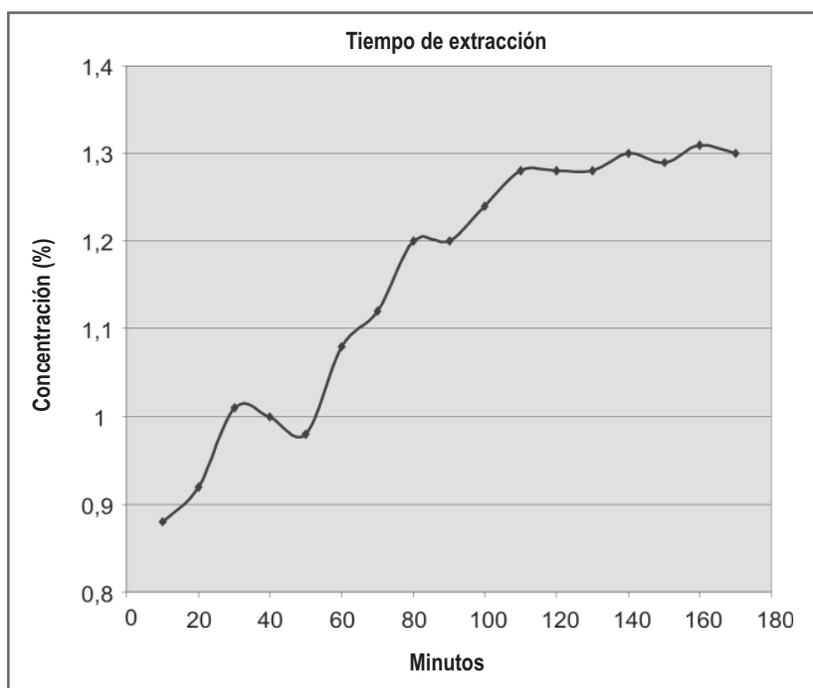
Los ensayos se hacen de la siguiente manera:

1. Remoción manual de tallo del material vegetal.
2. Molienda del material vegetal en un molino casero.
3. Llenado de la bolsa de tela con material vegetal.
4. Sumergido de la bolsa de tela en el beaker con KOH al 0.5% p/v.
5. Calentamiento en la estufa HERAEUS UT – 6 a 60° C.
6. Sustracción de alícuotas cada 10 min.
7. Evaporación de solvente de cada alícuota en estufa a 100° C.

TABLA 21
Resultados del tiempo de extracción del colorante del helecho

Alícuota	Tiempo (min)	Concentración colorante (%)
1	10	0,88
2	20	0,92
3	30	1,01
4	40	1
5	50	0,98
6	60	1,08
7	70	1,12
8	80	1,2
9	90	1,2
10	100	1,24
11	110	1,28
12	120	1,28
13	130	1,28
14	140	1,3
15	150	1,29
16	160	1,31
17	170	1,3

FIGURA 9
Tiempo de extracción vs. Concentración de sólidos



De la grafica de Concentración de sólidos vs. Tiempo de extracción (Figura 9), se escoge un intervalo de tiempo de extracción de 40 a 120 minutos, porque a menos de 40 minutos las concentraciones de colorante son muy bajas y después de 120 no hay un aumento significativo en la concentración del colorante.

3.4.1.5 Relación sólido-solvente. Con el fin de asegurarse de que todo el sólido entre en contacto con el solvente y no queden áreas secas, por observación, los ensayos preliminares se efectúan con una relación sólido – solvente entre 0.1 y 0.3 g de sólido por mL de solvente aproximadamente.

3.4.1.6 Concentración del solvente. Teniendo en cuenta que a altas concentraciones de solvente, éste puede arrastrar muchos sólidos indeseables, los experimentos exploratorios se realizan con el solvente concentrado al 0.5% p/v, sin embargo se detecta la presencia de sólidos en suspensión que deben removerse del extracto final (centrifugación). Los valores óptimos para las variables del proceso se presentan en la Tabla 22.

TABLA 22
Valores óptimos para la extracción del colorante del helecho

Optimize Response			
Goal: maximize Concentración colorante			
Optimum value = 2.65068			
Factor	Low	High	Optimum
Temperatura	40.0	60.0	60.0
Rel ss	0.125	0.25	0.158488
Tiempo	40.0	120.0	111.176
Conc solv	0.1	0.5	0.49924

3.4.2 Purificación del extracto

Teniendo en cuenta que el solvente arrastra consigo otras sustancias del material vegetal, se hacen ensayos exploratorios con el fin de establecer si es necesaria la remoción de estos productos del extracto con ayuda de solventes orgánicos. Se hace un análisis cuantitativo basado en la concentración de colorante (ver Ec 1).

Los ensayos, por triplicado, se realizan de la siguiente manera:

1. Remoción manual de tallo del material vegetal.
2. Molienda de material vegetal en un molino casero.
3. Llenado de la bolsa de tela con 40 g de material vegetal.
4. Sumergido de la bolsa de tela en el beaker con 300 mL de KOH al 0.5% p/v.
5. Calentamiento en la estufa HERAEUS UT – 6 a 60° C durante dos horas.
6. Tres lavados de parte del extracto en 600 mL de una solución de éter de petróleo, acetona y agua en partes iguales (Pérez, 2001).
7. Evaporación de solvente en la estufa a 100°C.

TABLA 23
Resultados para la purificación del extracto

Tratamiento	Concentración colorante (%)		
	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3
Sin purificar	1,7	1,8	1,6
Purificado	1,5	1,7	1,8

De acuerdo con estos resultados que se presentan en la Tabla 23, se concluye que no es necesario purificar el extracto porque las concentraciones del material colorante no se incrementan significativamente con la purificación.

4. CARACTERIZACIÓN DE LOS COLORANTES

4.1 COLORANTE DE LA SEMILLA DEL ACHIOTE

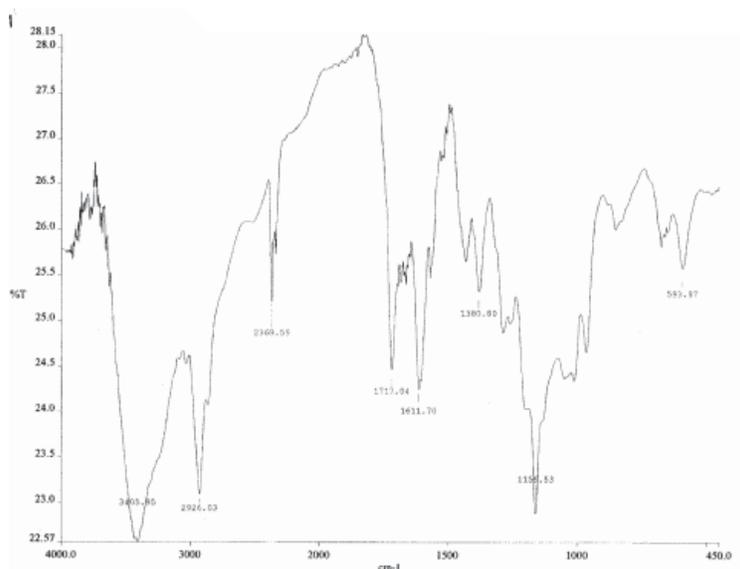
La caracterización del colorante por medio de técnicas de análisis instrumental, tales como: infrarrojo, UV-VIS y cromatografía en capa delgada, además de llevar a cabo análisis de humedad de la semilla y caracterización de la solución coloreada.

4.1.1 Espectro Infrarrojo

Para llevar a cabo el análisis infrarrojo del colorante de la semilla del achiote, se prepara la pastilla de KBr con la muestra de colorante en polvo y se obtiene el espectro infrarrojo en un espectrofotómetro Perkin - Elmer. Este espectro muestra un pico sobresaliente cercano a 1600 cm^{-1} , el cual representa de los grupos carbonilos, característicos de la estructura de la bixina.

En el intervalo de los 1700 a 1800 cm^{-1} aproximadamente se encuentra una serie de picos consecutivos, que aunque no son muy sobresalientes, son característicos de los dobles enlaces presentes en las estructuras orgánicas, las cuales son características de la bixina. (Figura 10).

FIGURA 10
Espectro Infrarrojo del colorante obtenido de la semilla del achiote



4.1.2 Espectro UV-VIS

Espectrofotométricamente la bixina y los isómeros de ésta, se obtienen de igual manera que los pigmentos amarillos (orellina). Para esto se sigue el siguiente procedimiento.

Se toma 1 g de la muestra y se transfiere a un balón de 100 mL aforado, con solución al 5% de KOH; de esta solución, se toma una alícuota de 1 mL y se lleva a un segundo balón de 100 mL y se afora de nuevo con solución al 5% de KOH.

Haciendo un barrido de absorbancia entre 300 y 600 nm en el espectrofotómetro se determina la longitud de onda a la cual tiene la máxima absorbancia. En la figura 11 se observa que la máxima absorbancia se encuentra en un intervalo de 450 a 500 nm de

longitud de onda, que coincide con lo encontrado en la literatura, que a 450 nm se presenta la mayor absorbancia para el colorante del Achiote (Scotter, 1998; Jaramillo, 1992).

Al comparar el espectro de absorción obtenido para el colorante de la semilla del achiote (figura 11) con los de una muestra comercial y un estándar del colorante (figura 12), se observa que la ubicación de las longitudes de onda de mayores absorbancias para los tres espectros son las mismas, las intensidades de absorción son diferentes debido a la concentración de cada una y a los métodos de extracción empleados.

La longitud de onda de 483 nm corresponde a la reportada en la literatura para la norbixina (Natukolor, 2004).

FIGURA 11
Espectro UV-VIS colorante de la semilla del achiote

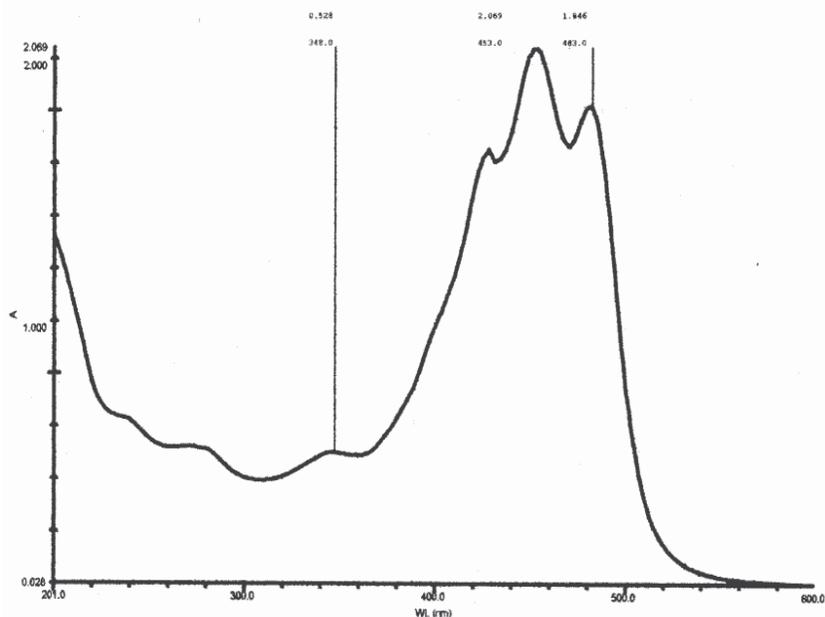


FIGURA 12
Espectro UV-VIS colorantes comercial, 1, y estándar de achiote, 2 (Scotter, 1998)

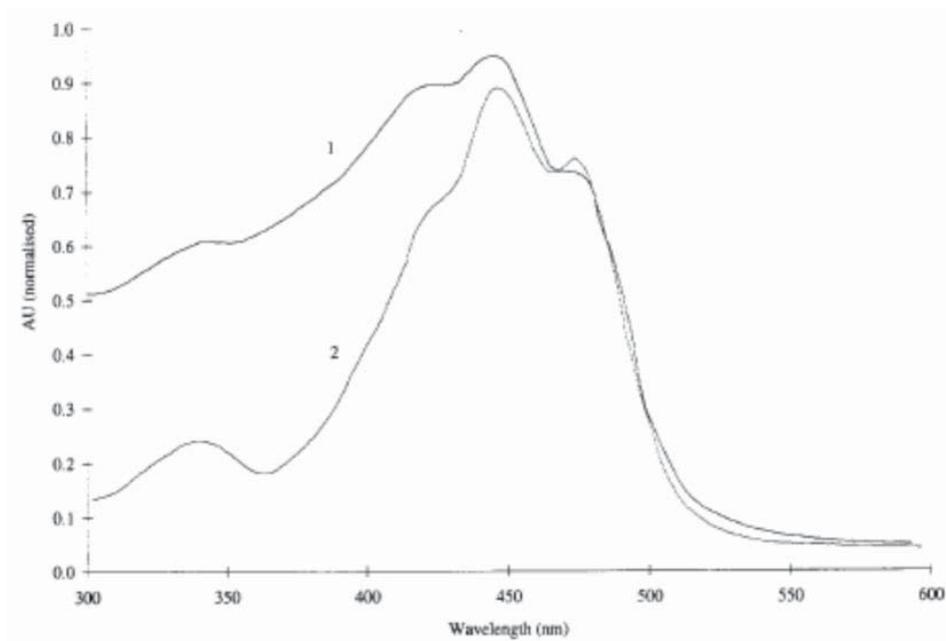
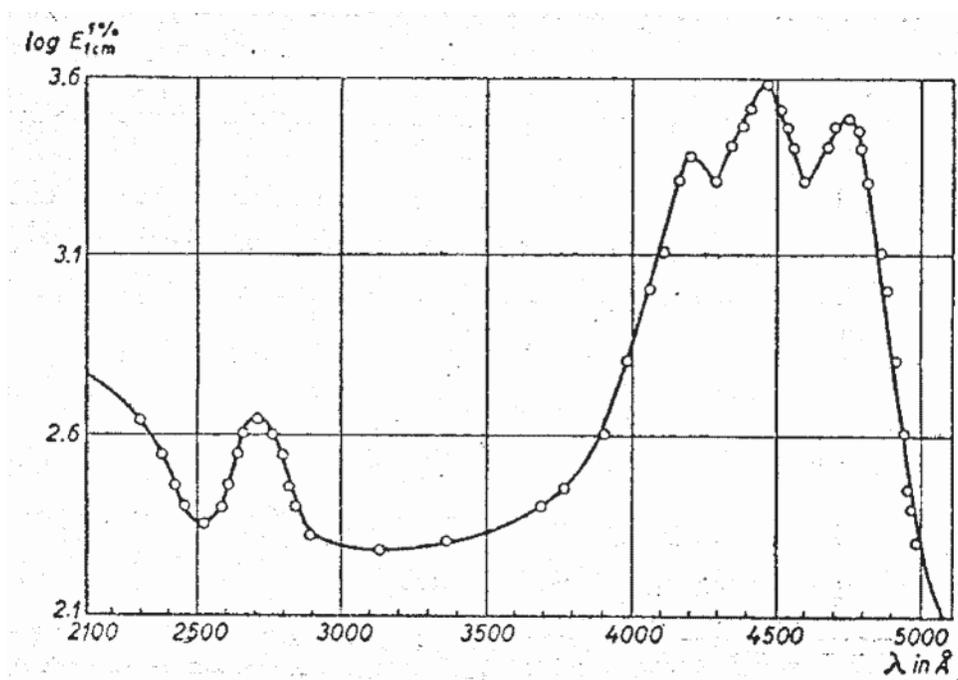


FIGURA 13
Espectro UV-VIS de la xantofila (Karrer, 1950)



Si se compara el espectro de absorbancia del colorante de la semilla del achiote (figura 11) con el de la xantofila (figura 13), que es otro carotenoide, se encuentra que son similares y presentan las máximas absorbancias, aproximadamente, en las mismas longitudes de onda; eso se debe a que todos los carotenoides presentan espectros de ese tipo (Karrer, 1950).

4.1.3 Cromatografía en Capa delgada

Para llevar a cabo la cromatografía en capa delgada se seleccionan diferentes eluentes, como éter de petróleo en relación 7:3, cloroformo, acetato de etilo y metanol, tal como se muestra en la Tabla 24.

TABLA 24
Solventes y eluentes utilizados en cada placa de cromatografía

Placa	Solvente	Eluente
1	Acetato de etilo	Metanol
2	Cloroformo	Éter de petróleo y acetato de etilo
3	Acetato de etilo	Acetato de etilo
4	Cloroformo	Metanol
5	Éter de petróleo y acetato de etilo	Éter de petróleo y acetato de etilo
6	Acetato de etilo	Éter de petróleo y acetato de etilo
7	Cloroformo	Cloroformo

La bixina pura se separa en la parte intermedia de la placa, hRf 53. (Jaramillo, 1992). Todos los eluentes utilizados, separan un solo componente entre la parte intermedia y el 90% aproximadamente de la placa, excepto cuando se utiliza metanol, el cual logra separar el colorante ligeramente en dos componentes.

4.1.4 Características de la solución coloreada

Con el fin de seleccionar el método más apropiado para el secado del colorante se examinan algunas características de la solución coloreada. La pulverización del colorante se puede hacer por secado por atomización, o por centrifugación, secado por aire caliente en bandejas y posterior molienda.

4.1.4.1 Contenido de sólidos

Para determinar el contenido de sólidos existen varios métodos, entre ellos se encuentra, la

medición de °BRIX¹ por medio de un refractómetro es el método más simple puesto que no es necesario disponer de equipos especiales, dicho procedimiento se describe a continuación.

Se toma un volumen conocido de solución coloreada antes de la precipitación, se coloca en un recipiente previamente pesado, se deja secar en la estufa durante cerca de 4 horas a una temperatura a la cual no se degrade el colorante, en este caso se coloca a 57° C, hasta obtener peso constante. Se deja enfriar evitando que absorba humedad y se pesa. Haciendo una relación entre el peso final de sólidos y el peso inicial de solución coloreada, se obtiene el contenido de sólidos de la solución coloreada.

¹Brix: la cantidad de **sólidos solubles** presentes en la solución en porcentaje de sacarosa. Los sólidos solubles están compuestos por los azúcares, ácidos, sales y demás compuestos solubles en agua presentes en los jugos de las células de una fruta. Se determinan empleando un refractómetro calibrado y a 20 °C. (UNAL, 2004).

El contenido de sólidos en promedio por este método fue 3.35%. y la medición del contenido de sólidos obtenida por medio del refractómetro fue 3° BRIX, aproximadamente lo que equivale a 3% de contenido de sólidos.

Con estos resultados no es posible obtener un buen rendimiento para el secado por atomización, pues para lograrlo es necesario concentrar la solución coloreada y utilizar un vehículo de forma que aumente el contenido de sólidos presentes en la mezcla (° BRIX). Por la complejidad del proceso, y la dificultad en el procedimiento de concentración se decide inicialmente realizar un secado con aire caliente de bandejas y luego una molienda, haciendo previamente una precipitación y centrifugación del colorante para obtener la pasta a secar. Ensayos posteriores de atomización, usando maltodextrina como vehículo, producen un polvo de calidad comparable al comercial.

4.1.4.2 Densidad

La densidad se determina con un picnómetro. Los resultados se muestran a continuación en la tabla 25.

TABLA 25
Densidad solución coloreada y agua

	g/cm ³
Solución coloreada	1.0097
Agua	0.9927

4.1.4.3 Viscosidad

Esta propiedad, importante cuando se trata de dispersar la solución para atomización, se mide con el viscosímetro de Ostwald, aplicando la siguiente relación:

$$\eta_2 = \frac{\eta_1 * \rho_2 * t_2}{\rho_1 * t_1}$$

Donde:

η_1 : Viscosidad del agua.

η_2 : Viscosidad de la solución coloreada.

ρ_1 : Densidad del agua.

ρ_2 : Densidad de la solución coloreada.

t_1 : Tiempo que tarda en pasar por viscosímetro el agua.

t_2 : Tiempo que tarda en pasar por el viscosímetro la solución coloreada.

Los resultados de las cuatro mediciones realizadas se presentan en la tabla 26.

Tabla 26
Resultados de medición de viscosidad

Ensayo	Tiempo (seg)	
	Solución coloreada	Agua
1	39.56	29.41
2	39.44	29.61
3	38.93	27.76
4	40.17	28.52
Promedio	39.53	28.83

La viscosidad promedio de la solución coloreada calculada es. 1.395 cP.

4.2 COLORANTE DE LA CÁSCARA DEL PLÁTANO HARTÓN

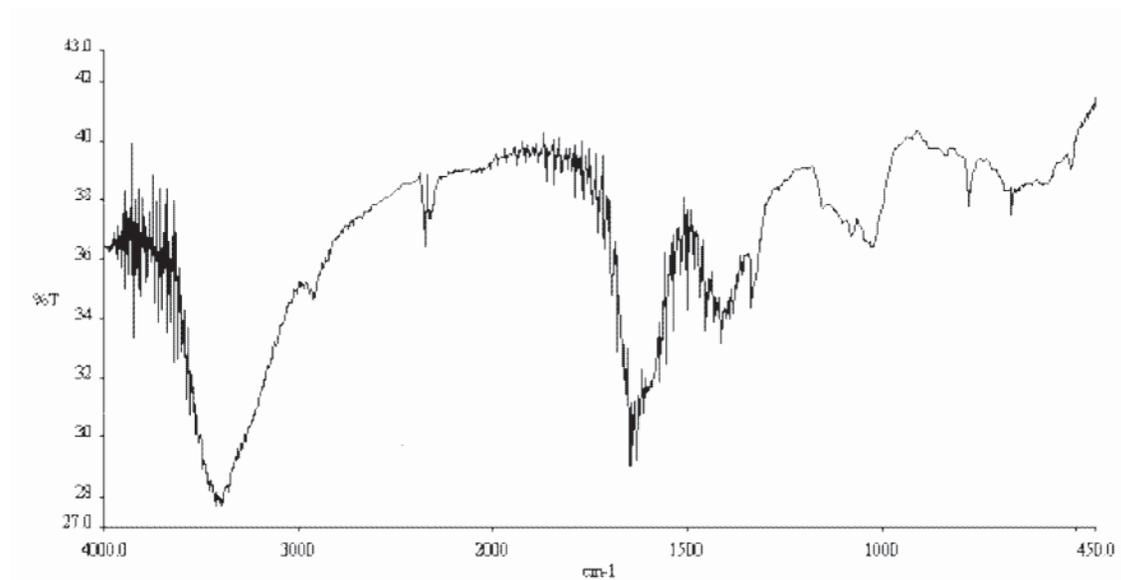
Para determinar algunas características del colorante se realizan análisis fisicoquímicos tales como: espectros infrarrojo y UV-VIS, y cromatografía en capa delgada.

4.2.1 Espectro Infrarrojo

El espectro del colorante se determina con un espectrofotómetro infrarrojo Perkin – Elmer Modelo Spectrum VX. Para obtener este espectro se prepara una pastilla de KBr con el colorante disuelto

en éste. Después de varios ensayos se opta por una dilución en agua de los dos compuestos y una posterior deshidratación para asegurar la solubilidad completa del colorante en el KBr, porque los ensayos convencionales para la fabricación de la pastilla presentaron dificultades con la translucidez de ésta. El espectro IR resultante se muestra en la figura 14.

FIGURA 14
Espectro infrarrojo del colorante obtenido de la cáscara del plátano



El espectro IR no es de gran utilidad para la caracterización de la mayoría de carotenoides, aunque puede servir para el reconocimiento de carotenoides raros, pues proporciona información sobre la presencia de otros grupos funcionales como grupos carbonilo y enlaces triples C-C. (Martínez, 2001)

Algunos carotenoides poseen anillos aromáticos dentro de sus estructuras moleculares, lo cual coincide con los resultados obtenidos en el espectro infrarrojo. El enlace C=C característico de los compuestos aromáticos se encuentra cercano a 1600 cm^{-1} .

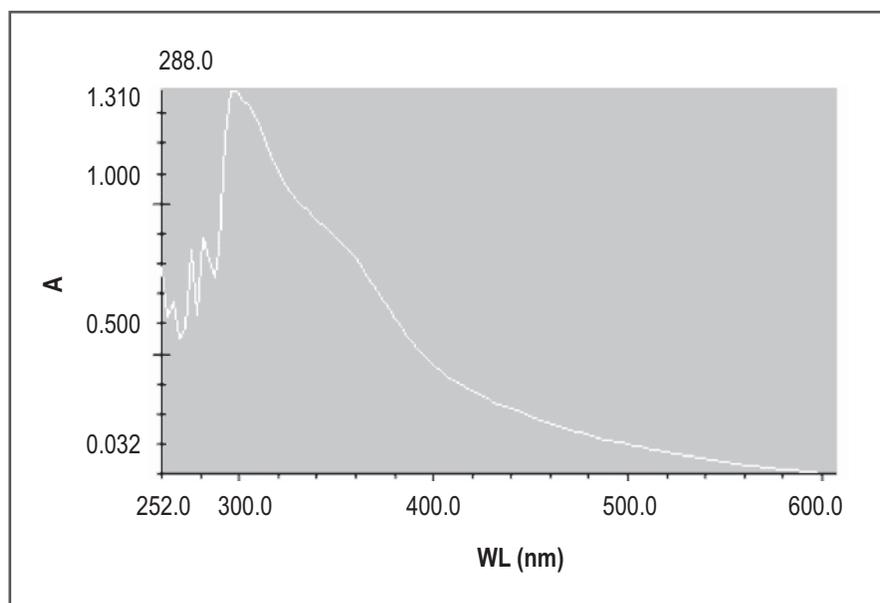
La banda de absorción cercana a 3300 cm^{-1} es característica de los grupos funcionales O-H de alcohol (Wade, 1993). Este grupo funcional también es constituyente de algunos carotenoides, principalmente del tipo xantófilas. (Martínez, 2001)

4.2.2 Espectro UV – VIS

El espectro UV-VIS del colorante de la cáscara del plátano se determina con un espectrofotómetro Spectronic Génesis 2 PC, con dos fuentes, una de Deuterio y otra de Tungsteno, que emiten a todas las frecuencias requeridas para el espectro UV- visible. Se encuentra que el colorante presenta un máximo de absorbancia en una longitud de onda de 288 nm para valores de pH de 2, 7 y 12. (Figura 15).

El hecho de que la longitud de onda no varía para el valor de máxima absorbancia al modificar el pH del colorante en solución, es un indicador de que la sustancia cromófora no es del grupo de las antocianinas. Esto confirma la presencia de carotenoides en la cáscara del plátano (UBC, 2003). Además, las antocianinas presentan una

FIGURA 15
Espectro UV- VIS del colorante



banda de absorción en el UV entre 260 y 280nm y otra banda en el la región del visible entre 490 y 550nm (Giusti, 2000).

El cambio de color durante la maduración de la frutas desde el verde hacia el amarillo o rojo se debe frecuentemente a la desaparición de la clorofila, la cual enmascara el carotenoide presente. Este es el caso del plátano (Karrer, 1950).

4.2.3 Cromatografía de capa delgada

Para tratar de separar los varios constituyentes de la mezcla de colorante se seleccionan varios eluentes tales como: Etanol, metanol, ácido acético, NaOH, tetracloruro de carbono, agua y etanol-agua. El comportamiento del colorante frente a estos eluentes se puede ver en la tabla 27.

TABLA 27
Resultados de la cromatografía de capa delgada

Solvente	Resultado
Ácido acético	Poco arrastre
Tetracloruro de Carbono	Arrastre nulo
Metanol	Poco arrastre
Etanol	Poco arrastre
Etanol-agua 50% en volumen	Buen arrastre
Etanol-agua 30% en volumen	Buen arrastre
Etanol-agua 20% en volumen	Buen arrastre
Etanol-agua 10% en volumen	Buen arrastre
NaOH 0.5N	Arrastre total
Agua	Arrastre total

En ninguno de los ensayos se logra la separación de los componentes presentes en la solución. El grado de arrastre significa la capacidad que tiene el eluyente para movilizarse junto con el colorante en la capa de silica-gel. Poco arrastre significa que

el desplazamiento es muy lento y no avanza una distancia significativa a través de la silica-gel. Caso contrario ocurre con las pruebas con agua pura y la solución NaOH 0.5 N, las cuales muestran un desplazamiento mayor y con una mayor velocidad.

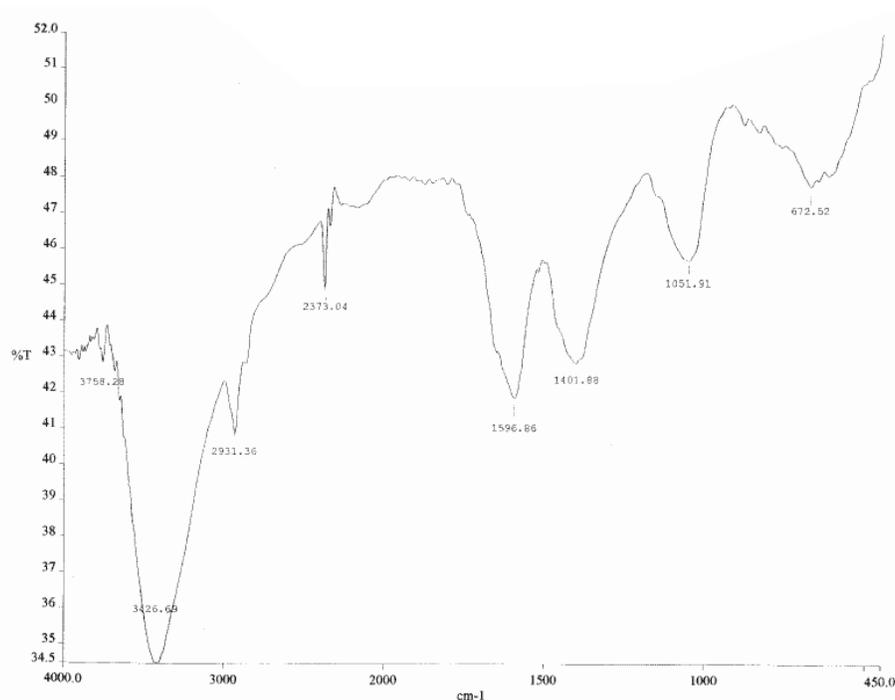
Se puede afirmar que el colorante en solventes no polares es completamente insoluble y a medida que se aumenta la polaridad, el colorante se hace más soluble. Esto se comprueba con el desempeño del colorante en las soluciones acuosas.

4.3 COLORANTE DE LA SEMILLA DEL AGUACATE

4.3.1 Espectro Infrarrojo

El espectro mostrado en la figura 16 muestra que el colorante de la semilla del aguacate posee grupos OH (banda en 3426.69 cm^{-1}); la banda en 2931 cm^{-1} muestra la presencia de alcanos; la banda de 1596.86 cm^{-1} sugiere la presencia de aromáticos; y la banda que está en 1051.91 cm^{-1} puede estar asociada a los éteres.

FIGURA 16
Espectro infrarrojo del colorante de la semilla del aguacate



Las estructuras de los compuestos de los que se compone este colorante poseen todos esos grupos (Castro, 1999).

4.3.2 Espectro UV-VIS

En el espectro UV-VIS del colorante de la semilla del aguacate se observa una banda intensa en 266 nm, y otra mucho más débil alrededor de los 500 nm, que al concentrar la solución se puede ver mejor (figuras 17 y 18). La banda cerca de 200 nm corresponde al solvente. Esa dos bandas son características de las antocianinas (Madhavi, 1996)

FIGURA 17
Espectro UV-VIS colorante de la semilla del aguacate

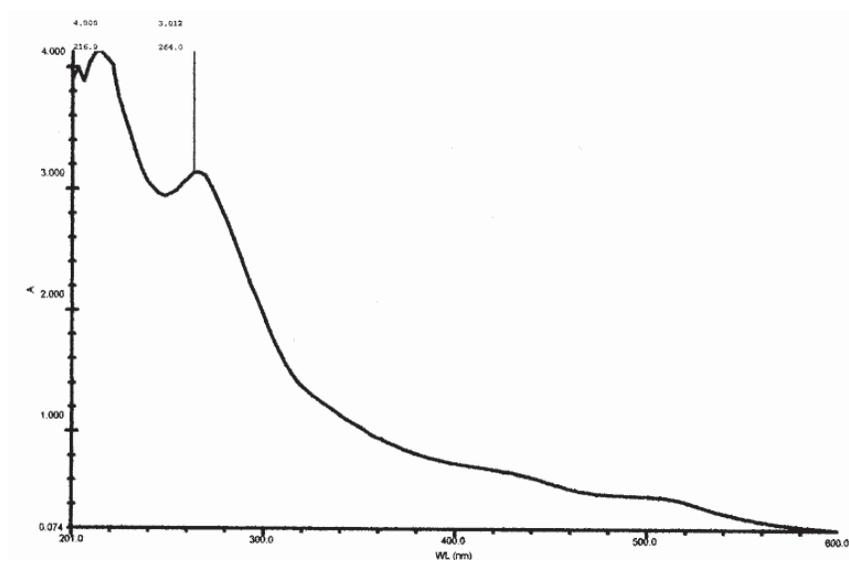
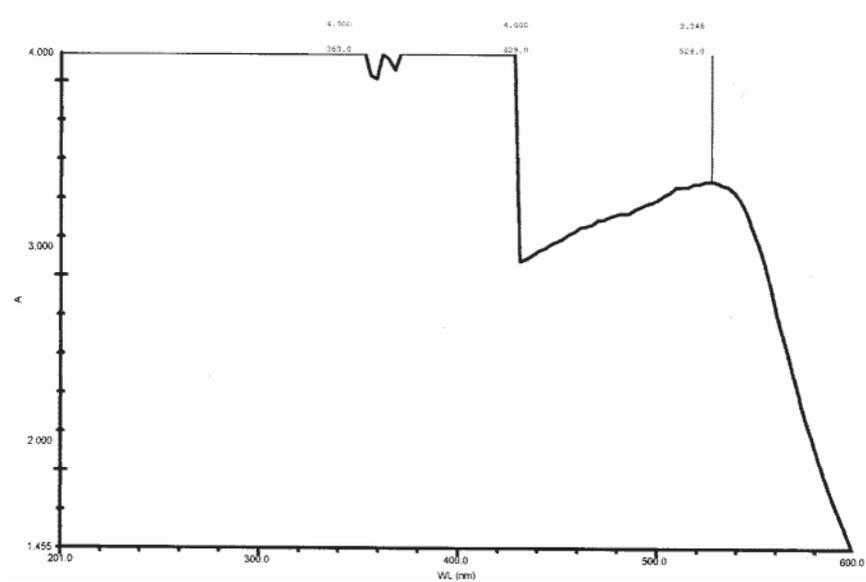


FIGURA 18
Espectro UV-VIS colorante de la semilla del aguacate a una concentración mayor



4.3.3 Cromatografía de capa delgada

Para comparar la conducta de los colorantes de las semillas del achiote y del aguacate, se seleccionan los siguientes solventes y eluentes, en la combinación señalada en la tabla 28.

TABLA 28
Cromatografía de capa delgada

Solvente	Eluente	Arrastre del colorante	
		Achiote	Aguacate
Agua	Agua	Total	Total
Agua	Etanol	Poco	Nulo
Agua	Metanol	Poco	Nulo
Agua	Ácido acético	Total pero con cola	Nulo
Agua	Bencina	Nulo	Nulo

A partir de esos resultados se hacen las siguientes combinaciones de los eluentes: para el aguacate, agua – metanol, agua – etanol y agua – ácido acético. En cuanto al achiote, se hacen combinaciones de etanol – agua y metanol – agua (tabla 29).

De acuerdo a los resultados mostrados en la tabla 28, se hace una combinación de solventes para buscar una mejor separación de los constituyentes de los colorantes. En el achiote se distinguen claramente dos componentes (uno amarillo, orellina, y el otro rojo, norbixina) y tres en el aguacate (beige y café, generados por los taninos; el violeta no se aprecia inicialmente en la placa cromatográfica, sino que aparece una banda blanca una vez revelada la placa debido a que la proantocianidina, que es la que la origina, reacciona con ácidos y para revelar se utiliza ácido sulfúrico) (Ricco, 2004).

TABLA 29
Cromatografía de capa delgada: combinación de eluentes

Solvente	Mezcla de eluentes	Concentración (%)	Arrastre y separación de componentes colorantes	
			Achiote	Aguacate
Agua	Etanol – agua	50	Buen arrastre, separación buena	Arrastre nulo, separación nula
Agua	Etanol – agua	20	Poco arrastre, mala separación	-
Agua	Etanol – agua	80	Excelente arrastre y separación	-
Agua	Metanol – agua	50	Buen arrastre, separación regular	Arrastre nulo, separación nula
Agua	Ácido acético – agua	50	-	Poco arrastre, separación regular
Agua	Ácido acético – agua	20	-	Buen arrastre, excelente separación

En la tabla 30 se presentan los valores de hR_f ($100 \times R_f$) para cada uno de los componentes de ambas cromatografías. Esos valores indican el grado de separación de cada uno de los componentes, es decir, si uno tiene un hR_f de 10 y el otro de 90, el primero recorre el 10% de la distancia recorrida por el eluyente y el otro el 90%, quedando ambos lo suficientemente separados como para identificarlos e incluso purificarlos.

TABLA 30
Valor hR_f para colorantes del Achote y del Aguacate

Colorante	Relación de frente	hR_f
Achote	Componente rojo	10.26
	Componente amarillo	96.15
Aguacate	Componente violeta	88.89
	Componente beige	37.78
	Componente café	24.44

4.4 COLORANTE DE LAS HOJAS DEL HELECHO

4.4.1 Espectro Infrarrojo

El espectro del extracto del helecho, que se llevo a sequedad y luego se pulverizó, se obtuvo en el espectrómetro infrarrojo Perkin-Elmer Spectrum BX del Laboratorio de Química Instrumental de la Universidad EAFIT formando una pastilla con KBr sólido. En las figuras 19 y 20 se comparan los espectros infrarrojos del colorante de helecho y de la antocianina obtenida del repollo morado.

De la figura 19, la banda que se encuentra alrededor de 3500 cm^{-1} corresponde al grupo funcional $-\text{OH}$, sustituyente característico en la estructura de las antocianinas, sin embargo se puede deber en gran medida a la presencia de trazas de KOH y agua que pueden encontrarse en la solución. La banda

FIGURA 19
Espectro infrarrojo del colorante de helecho

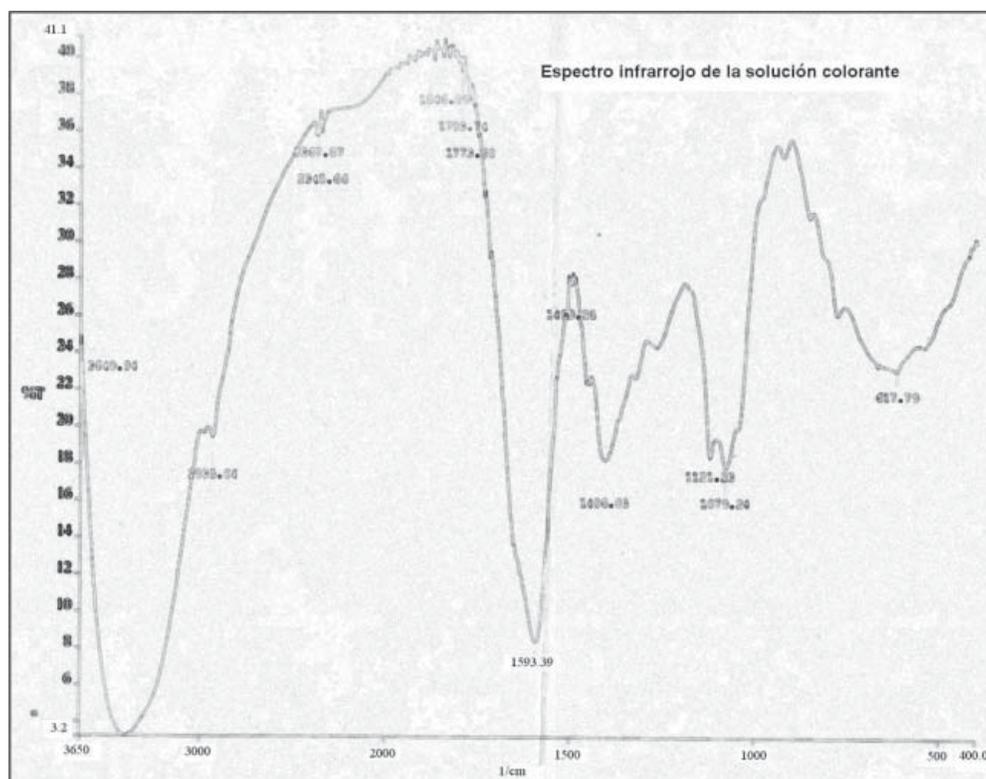
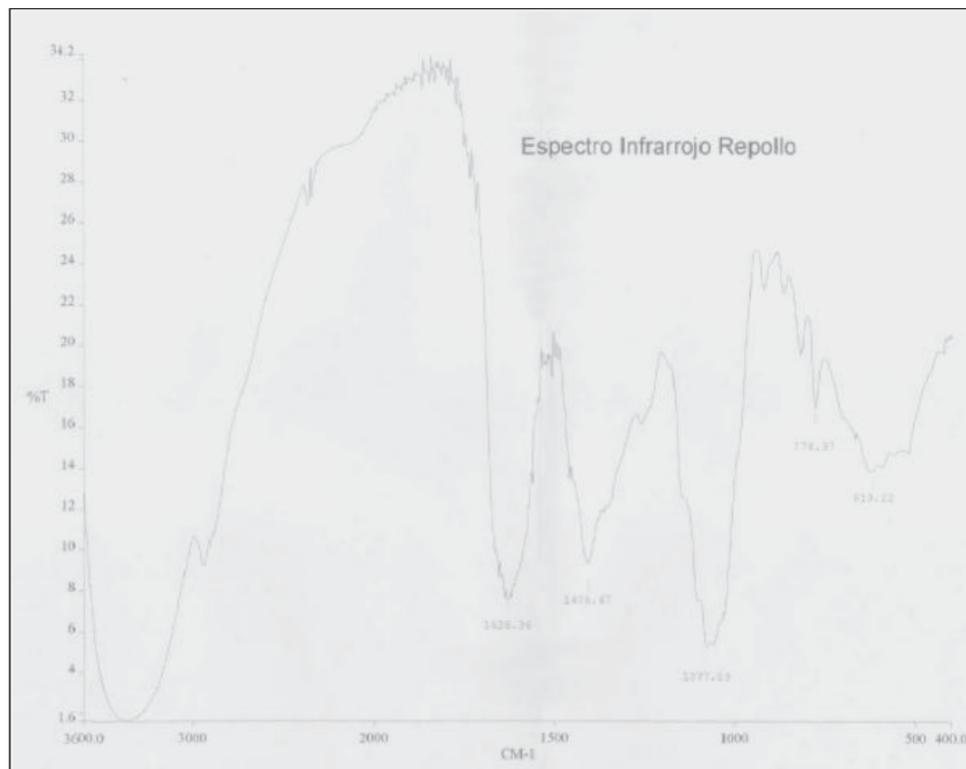


FIGURA 20
Espectro infrarrojo de una antocianina (Lopera , 2002)



en 1593.39 cm^{-1} es característico de compuestos aromáticos, lo cual concuerda con la estructura de las antocianinas que presentan grupos aromáticos en su estructura principal. Comparando esta figura con la 20 se identifican 5 bandas característicos en las siguientes frecuencias: 3500, 1600, 1400, 1100 y 600 cm^{-1} aproximadamente, con lo que muestran una gran similitud en ambos espectros.

4.4.2 Espectro UV-VIS

El espectro para el colorante obtenido del helecho común se obtuvo en el espectrómetro SPECTRONIC GENESYS 2 PC de la Universidad EAFIT. Los espectros UV - VIS del colorante se muestran en las figuras 21 y 23. En la figura 21 se muestra el espectro del colorante diluido debido a que de esta manera se aprecia más fácilmente el

pico característico de las antocianinas en la región ultravioleta; en la figura 23 se muestra el espectro del colorante concentrado debido a que de esta manera se aprecia más fácilmente el pico característico de las antocianinas en la región visible. La figura 22 corresponde al espectro del solvente (agua) usado para obtener los espectros, que muestra una banda alrededor de 200 nm.

El intervalo de longitudes de onda en el que absorben las antocianinas en la región ultravioleta es de 260 a 280 nm y en la región visible es de 490 a 550 nm (Wrolstad, 2000). Esto es coherente con los resultados arrojados por el análisis espectroscópico, porque las bandas en las regiones ultravioleta y visible fueron 275 nm y 543 nm respectivamente. Por este análisis y el infrarrojo se infiere que existe una alta probabilidad de que el colorante extraído del helecho sea una antocianina.

FIGURA 21
Espectro UV – Visible del colorante diluido en agua hasta 1/10

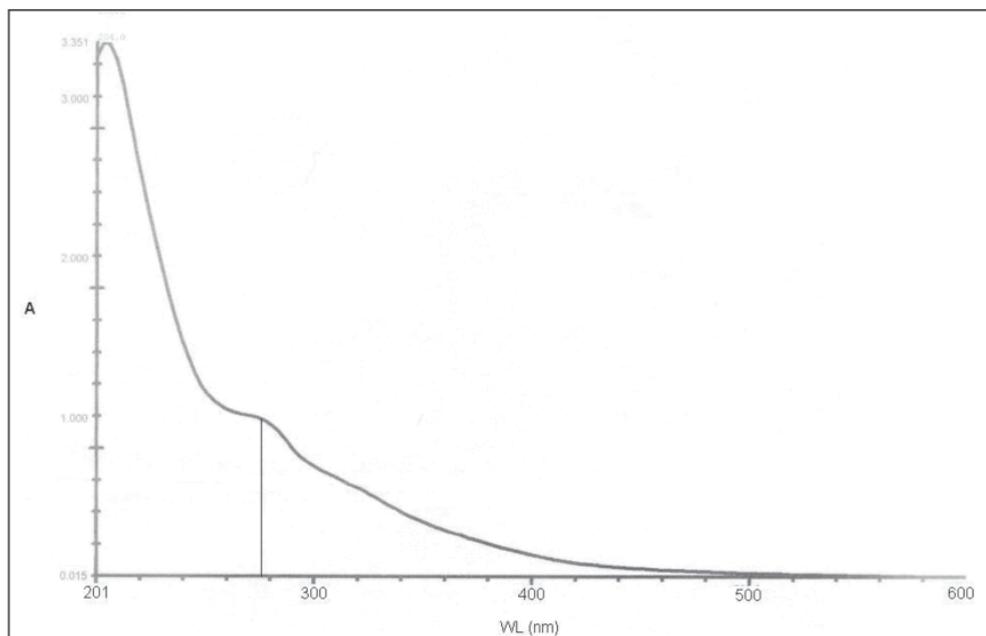


FIGURA 22
Espectro UV – VIS del solvente extractor

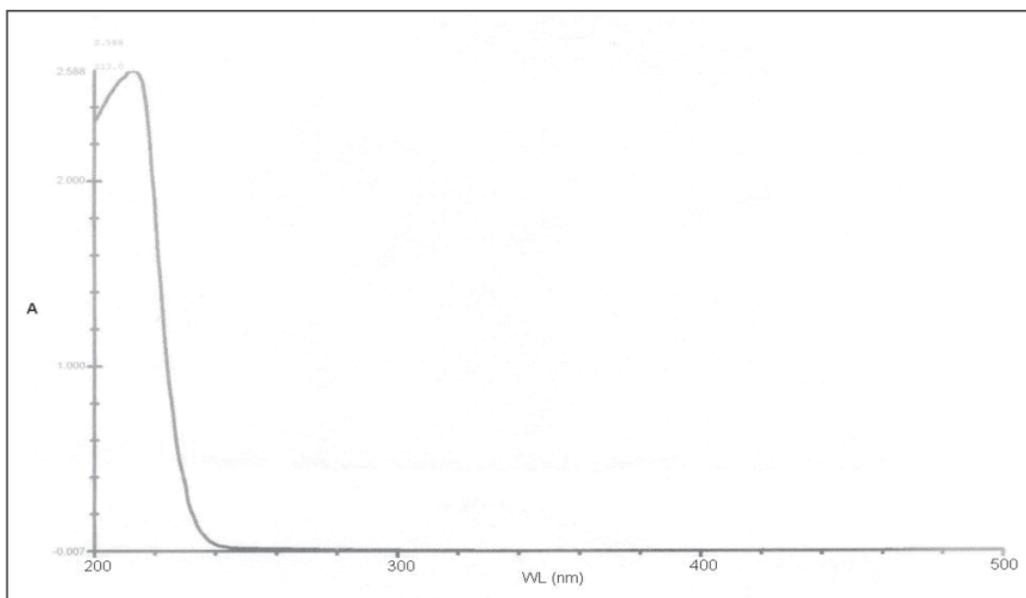


FIGURA 23
Espectro UV – Visible del colorante concentrado hasta saturación en agua

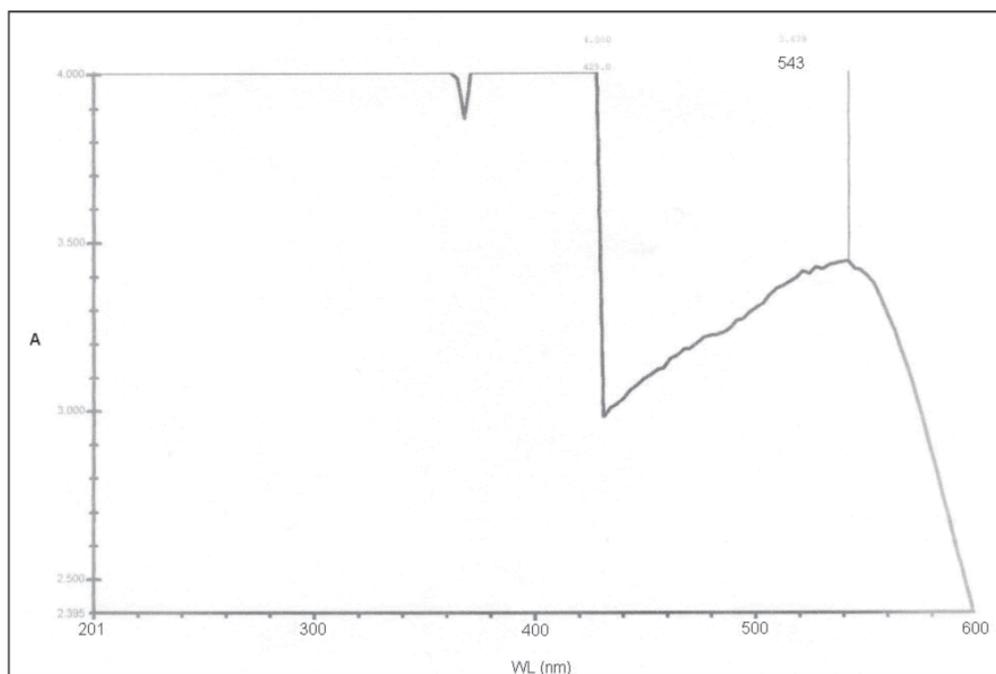
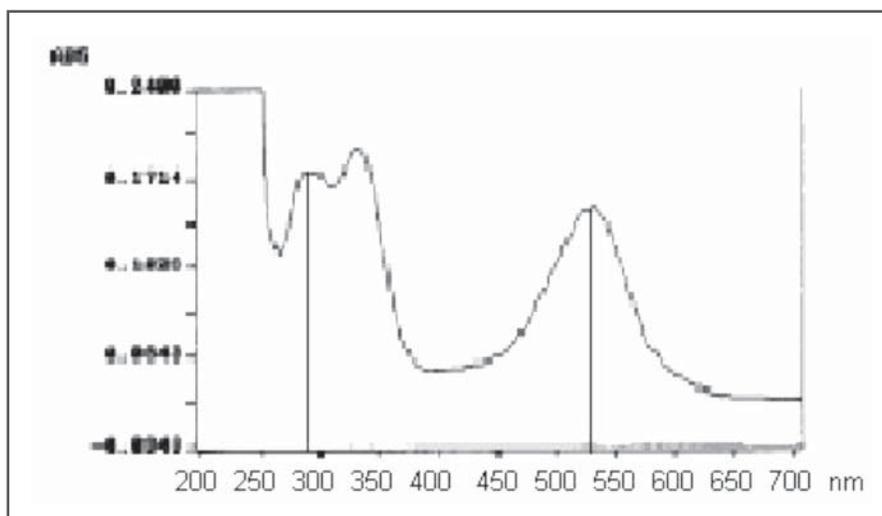


FIGURA 24
Espectro UV – VIS de una antocianina (Madhavi, 1996)



4.4.3 Cromatografía en capa delgada

Se llevaron a cabo numerosos experimentos para buscar un eluente adecuado que permitiera separar los componentes del extracto del helecho. Algunos de los resultados obtenidos se presentan en la siguiente tabla:

TABLA 31
Resultados de la cromatografía de capa delgada

Eluente	Observaciones
KOH 0,5% p/v	Arrastre, con cola, hasta el final de la placa
Agua	Arrastre, con cola, hasta 3/4 de la placa
Etanol 96%	Arrastre, con cola, hasta 1/4 de la placa
Ciclohexano	Arrastre nulo
Fenol saturado en agua	Arrastre, con cola, hasta el final de la placa
Ácido acético	Con cola
Benzina	Arrastre nulo
Benzina - Etanol 1:1	Separación de fases con arrastre hasta 1/4 de la placa
Benzina - Etanol 1:2	Separación de fases, con cola, con arrastre hasta 3/4 de la placa
Acetato de etilo - Etanol 1:2	Arrastre, con cola, hasta 1/4 de la placa

De las diversas placas preparadas se puede concluir que el colorante tiene como mínimo dos componentes. El eluente que mejor separó los dos posibles componentes fue la solución benzina – etanol 1:2.

5. PULVERIZACIÓN DE LOS COLORANTES

5.1 SELECCIÓN DEL SECADOR

El laboratorio de Operaciones de Unitarias cuenta con una unidad de secado de lecho fluidizado, en la cual el material que se va a secar se mantiene en contacto con una corriente de aire caliente (140 – 160° C) por un tiempo que lo determina el operador según la humedad requerida para el producto seco. En este caso el material que se va a secar se mantiene a alta temperatura por un largo período de tiempo.

Cuando se van a secar colorantes y otros materiales susceptibles a las altas temperaturas se necesita un secador en el cual el tiempo de residencia sea mínimo. Para pulverizar estos materiales primero se dispersan o se disuelven en una solución acuosa antes de someterlo a la atomización. Como se quiere que el polvo obtenido se disuelva con facilidad en agua, pero el agua humedece los polvos finos de una manera muy limitada debido a la tensión superficial, se necesita, por lo tanto, un tamaño de grano superior a las 30 mallas, lo cual se puede lograr por aglomeración.

Para aprovechar las condiciones de secado en las cuales el material se pueda pulverizar hasta un tamaño de grano previamente definido según las necesidades, con muy poca o ninguna pérdida de características organolépticas debido a altas temperaturas, lo más recomendable es un secador por atomización.

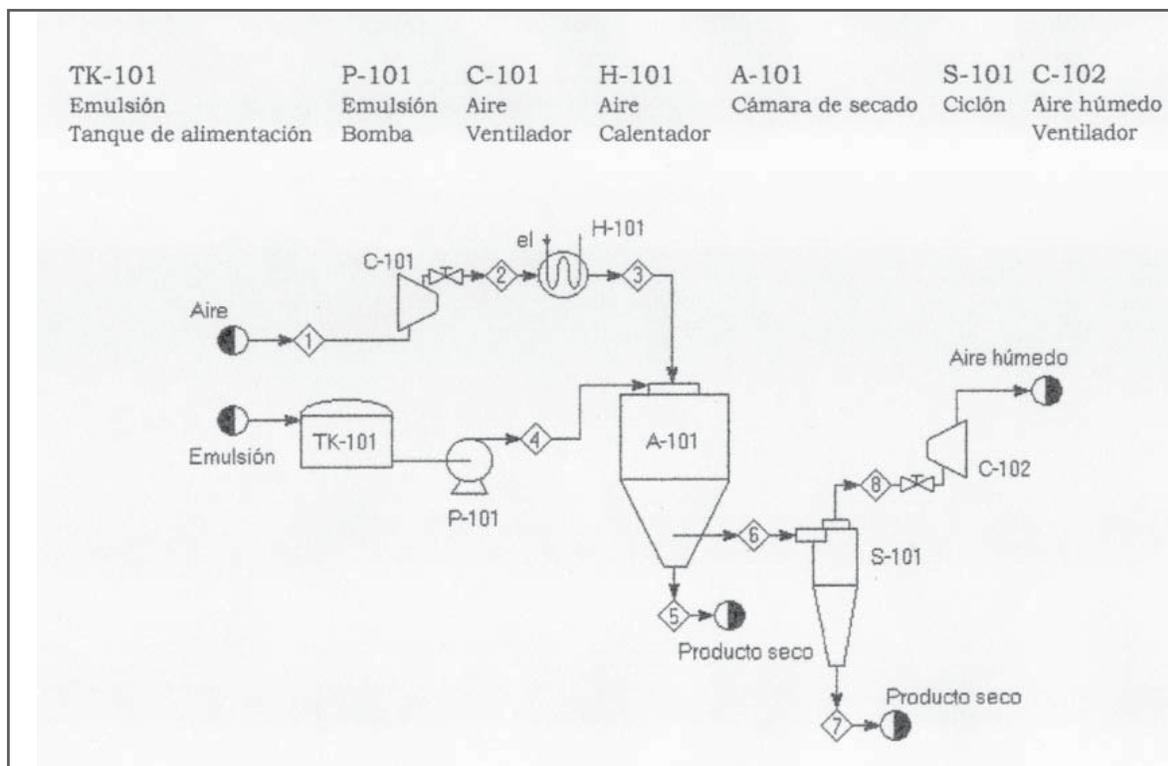
5.2 PARÁMETROS DE DISEÑO DEL SECADOR

A pesar de los progresos que se han logrado en el desarrollo de secadores por atomización para obtener polvos con buenas características de humectabilidad, sin pérdida de sus características

propias, no ha sido posible obtener un diseño confiable que permita predecir las propiedades finales del producto obtenido. Por lo tanto debe recurrirse a cierto número de ensayos para poder determinar las mejores condiciones según las características deseadas en el producto, que dependen de las propiedades físicas y químicas del producto de entrada y del diseño y operación del secador.

El Diagrama de Flujo (PFD) del cual se parte para la construcción del secador se muestra en la Figura 25. Este secador tiene capacidad para secar un máximo de cinco (5) litros de solución por hora. El ingreso del aire a la cámara de secado se puede hacer por una de dos vías: (1) el aire se alimenta con una pequeña bomba a través del calentador y (2) el aire se alimenta a la cámara extrayéndolo de ésta a través el ciclón con la bomba, con el fin de crear una disminución de presión que facilita el secado.

FIGURA 25
Diagrama de Flujo (PFD) del equipo



5.3 CONSTRUCCIÓN DEL SECADOR

5.3.1 La Cámara de secado (A-101)

Se construye una cámara de secado de 90 cm de diámetro y 80 cm de altura en la parte cilíndrica de acero inoxidable 304. La parte cilíndrica termina en un cono de 43 cm de altura con una inclinación

de 40°. Esta cámara con un cono para la descarga del material pulverizado por gravedad ofrece mayor flexibilidad para adaptar varios procesos de secado. La cámara con iluminación y con una mirilla, cubierta con vidrio resistente al impacto y a altas temperaturas, de 50 x 20 cm. Además cuenta con un tubo de escape interior de 2.6 cm de diámetro y 25 cm de largo, conectado al ciclón, y que sirve para retirar el material más fino. Figura 26

FIGURA 26
Cámara de Secado



La parte cilíndrica de la cámara está aislada con una cubierta de 7.6 cm de espesor de lana de vidrio y en su parte superior tiene una tapa de acero inoxidable que soporta el mecanismo para alimentación y dispersión de la solución que se pulveriza. En la parte inferior hay un tubo de 5.25 cm de diámetro y 10 cm de longitud con una pequeña tapa, por medio del cual se puede retirar el material pulverizado de mayor tamaño. Las partículas más finas se retiran a través del ciclón y medio del tubo de escape.

5.3.2 Disco atomizador

Se tiene la opinión general que los atomizadores de disco producen una lluvia muy homogénea, aunque en la práctica esto no ocurre a velocidades de flujo bajas; sin embargo, este tipo de atomizador es el más versátil para emplear con flujos variables de soluciones de diferentes viscosidades, a diferentes velocidades de rotación.

Además el tamaño de las gotas que se obtienen con los atomizadores de discos rotatorios con canales es similar a velocidades de flujo bajas e intermedias.

Se construye un disco rotatorio con canales de 5 cm de diámetro, soportado en un mecanismo que permite la lubricación del sistema con agua corriente y al mismo tiempo facilita la alimentación de la solución que se quiere atomizar. Figura 27

FIGURA 27
Disco rotatorio con canales



El disco se acopla a un pequeño motor de baja potencia, que tiene velocidades de giro entre 5.000 y 35.000 rpm. Figura 28.

FIGURA 28
Disco rotatorio con acople al motor



5.3.3 Sistema de alimentación de la solución (TK-101 y P.101)

Para alimentar la solución a la cámara de secado se emplea una bomba peristáltica conectada

a un tanque de almacenamiento ubicado en la parte superior. La entrada de la solución a la cámara se hace a través del mecanismo diseñado para soportar el disco giratorio. La velocidad de la bomba es variable y para las condiciones del secador se lleva hasta un máximo de 5 litros por hora de solución para ser secados. A partir de datos empíricos se recomienda un contenido mínimo de sólidos en la solución del 20% para lograr una producción aceptable. Para lograrlo, casi siempre es necesario concentrar la solución obtenida en la extracción del colorante o agregarle maltodextrina. Figura 29.

FIGURA 29
Sistema de alimentación



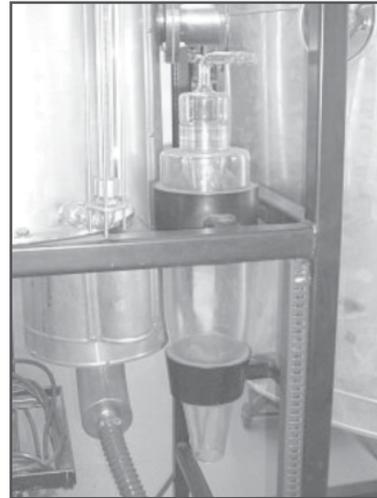
5.3.4 Colector tipo Ciclón (S-101)

Los colectores tipo ciclón operan con una eficiencia cercana al 100% en los procesos de separación y es muy apropiado para la separación del material fino que se produce en el proceso de secado por atomización.

Se construye un ciclón de vidrio de una altura total de 43 cm, de los cuales la parte cilíndrica tiene una longitud de 21.6 cm. El diámetro del ciclón es de 12 cm con un tubo lateral conectado a la parte cilíndrica de 5.7 cm de longitud y 2.7 cm de diámetro.

La tapa del ciclón tiene un diámetro de 6.3 cm y una longitud de 18 cm, con un tubo lateral en su parte superior que permite conectar a la bomba centrífuga para extraer el aire y así crear una pequeña diferencia de presión en el interior de la cámara de secado. Figura 30.

FIGURA 30
Colector tipo Ciclón



5.3.5 Sistema de calentamiento (H-101)

Después de calcular las necesidades térmicas del aire que entra a la cámara de secado se decide construir un calentador indirecto de gas, porque los calentadores eléctricos, que son comunes en secadores por atomización a escala planta piloto o de laboratorio, son económicos en cuanto a su construcción pero sumamente costosos desde el punto de vista operacional. Con el calentador construido se logra alcanzar una temperatura máxima del aire dentro de la cámara de 230° C. La camisa exterior del calentador tiene una longitud de 50 cm y un diámetro de 20 cm; en su interior hay tres tubos por los que circula el aire, de 5.2 cm de diámetro en acero inoxidable. El calentamiento se hace por medio de dos quemadores alimentados con gas propano y aire suministrado por un compresor. La capacidad térmica del calentador se calculó en 3.6 kW. Figura 31

FIGURA 31
Sistema de Calentamiento



5.3.6 Sistema de circulación del aire caliente (C-101)

Para introducir el aire hay dos posibilidades, en ambas se utiliza una bomba centrífuga de 3500 rpm marca Siemens, Modelo Elmo G, Figura 32, con la cual se puede variar el flujo con ayuda de una rejilla. En un caso la entrada de aire se conecta directamente al calentador, lo cual aumenta la presión dentro de la cámara provocando un aumento en el punto de ebullición del agua. En la otra forma, más conveniente porque crea un vacío dentro de la cámara de secado, se conecta la salida del ciclón a la succión de la bomba. De acuerdo con el contenido de sólidos de la solución se puede usar uno de los dos sistemas de circulación del aire.

5.3.7 Instalaciones eléctricas

Dentro de la cámara de secado se instalan tres termocuplas, dos en la parte superior, una de las cuales está en la entrada del aire caliente y la otra en el lado opuesto, para medir la temperatura en la parte superior. La temperatura en la parte inferior de la cámara se mide con una tercera termocupla y varía entre 90 y 100° C. . Por medio de una caja de controles se observan digitalmente las temperaturas

dentro de la cámara y se operan la iluminación interior de la cámara, las bombas centrífuga y peristáltica. Figura 33.

FIGURA 32
Bomba para la circulación del aire caliente

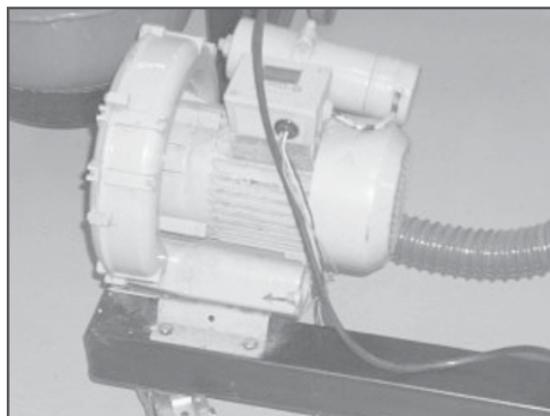


FIGURA 33
Caja de controles



El secador por atomización construido es muy versátil y puede usarse para secar diferentes tipos de soluciones, para obtener material pulverizado libre de otros contaminantes. La temperatura máxima en la parte superior de la cámara es de 230°C. Por ejemplo, en el caso del colorante del achiote se evita la precipitación con un ácido, generalmente ácido sulfúrico, y en cambio se obtiene el colorante en polvo a partir de la suspensión acuosa. Igualmente en

el caso de productos alimenticios se puede obtener el producto en polvo sin otros tratamientos y evitando el recalentamiento que ocurre en otros procesos de secado en los cuales el material permanece a alta temperatura durante mucho tiempo.

El secador construido puede usarse en las siguientes aplicaciones de secado:

- Soluciones de colorantes naturales
- Bebidas (jugos)
- Productos lácteos y huevos
- Cereales
- Extractos de plantas y vegetales
- Materiales sensibles al calor

Hasta el momento el secador se ha ensayado para secar soluciones del colorante del achiote: en algunos casos con las soluciones puras concentradas y en otros casos agregando maltodextrina para aumentar el porcentaje de sólidos. En ambos casos se obtuvo un colorante en polvo, cuyas características fisicoquímicas no difieren de los productos comerciales y de los obtenidos en procesos de laboratorio.

Se espera continuar haciendo ensayos con el secador para determinar todas sus características de operación y escribir el manual de operación. Seguramente habrá que introducir elementos adicionales para determinación de la humedad interior de la cámara de secado y el proceso de encendido de los quemadores. Uno de los ensayos de operación del secador se ilustra en la Figura 34.

FIGURA 34
Ensayo de secado



6. USOS DE LOS COLORANTES

6.1 COLORANTES PARA TEXTILES

Con el fin de seleccionar el método de tinción apropiado para telas de algodón y nylon® con los colorantes de las semillas del achiote y del aguacate (Cruz, 2004) y del helecho y la cáscara del plátano hartón (Constain, 2004), utilizando mordientes naturales como extracto de corteza de eucalipto, extracto de cáscara de algarrobo y solución colorante de la semilla del aguacate, se realizan diseños de experimentos para encontrar las variables y fijar los parámetros que verdaderamente influyen en el proceso.

Para ello se hacen pruebas preliminares de tinción, en las que se evalúa el efecto del pH, la temperatura de tinción, el tiempo de tinción, la temperatura de mordentado y el mordiente a utilizar, así como el procedimiento a seguir (premordentado – tinción, premordentado – tinción – posmordentado, tinción – posmordentado). Se encuentra que los parámetros que verdaderamente influyen son la temperatura y el tiempo de tinción. Se adiciona otro parámetro al diseño de experimentos, no evaluado en las pruebas preliminares pero que se sabe es importante en los procesos de tinción, que es el tiempo de mordentado.

La evaluación de los ensayos de tinción se hace con base en las Normas Icontec para Materiales Textiles 772; determinación de la solidez del color al sudor, 1155; determinación de la solidez del color al lavado doméstico e industrial, 1479; método de la lámpara de arco con xenón para determinar la solidez del color a la luz, y 2292, determinación de la solidez del color al agua con cloro de las piscinas; así se obtiene un método de tinción adecuado para cada tela y colorante, usando el mordiente adecuado en cada caso de tal forma que no altera el color y le da buena solidez, y dependiendo de si se quiere o no tener solidez aceptable al agua con cloro se obtienen los siguientes resultados:

En el caso de los colorantes del achiote y de la semilla del aguacate se encuentra que el mordiente adecuado es el extracto de la corteza del algarrobo en el procedimiento de postmordentado. Si no es importante la solidez al agua con cloro: algodón – achiote: temperatura de tinción 47°C, tiempo de tinción 68 min. y tiempo de mordentado 50 min.; nylon® – achiote: temperatura de tinción 20°C, tiempo de tinción 93 min. y tiempo de mordentado 30 min.; algodón – aguacate: temperatura de tinción 60°C, tiempo de tinción 60 min. y tiempo de mordentado 30 min.; nylon® – aguacate: temperatura de tinción 20°C, tiempo de tinción 60 min. y tiempo de mordentado 50 min.

Si es necesario lograr una buena solidez al agua con cloro: algodón – achiote: temperatura de tinción 60°C, tiempo de tinción 67 min. y tiempo de mordentado 50 min.; nylon® – achiote: se pueden manejar las mismas condiciones mencionadas anteriormente, o bien, si se quiere ser riguroso, el tiempo de tinción debe ser 96 min. y los demás parámetros son los mismos; algodón – aguacate: temperatura de tinción 20°C, tiempo de tinción 77 min. y tiempo de mordentado 50 min.; nylon® – aguacate: temperatura de tinción 60°C, tiempo de tinción 60 min. y tiempo de mordentado 30 min.

Para los colorantes del helecho y de la cáscara del plátano hartón, el pH de tintura interviene en la intensidad del color dentro del proceso de tinción. A pH ácido los colorantes de helecho y cáscara de plátano hartón se observa la mayor intensidad del color. El mordiente que presenta mejor comportamiento en el proceso de tintura con el colorante del helecho sobre las fibras de algodón y nylon, es el extracto de la vaina de algarrobo a pH ácido, mientras que para el colorante de la cáscara de plátano se observa mejor coloración si se hace el postmordentado con la solución de los taninos de la semilla del aguacate a pH básico.

Para utilizar el colorante del helecho se utiliza el premordentado, con las siguientes condiciones de

operación: Algodón: la temperatura de mordentado es la del ambiente durante 30 minutos; temperatura de tintura: 55° C; tiempo de tintura: 40 minutos. El mordentado del nylon se hace a temperatura ambiente durante 30 minutos, mientras que la tinción se hace a 60° C durante 30 minutos.

Para la tinción con el colorante de la cáscara del plátano hartón se usa el postmordentado con un extracto de la semilla del aguacate, así: para el algodón el postmordentado se hace a temperatura ambiente durante 50 minutos, y el proceso de tintura se hace a 40° C durante 80 minutos. Para el nylon también se hace el postmordentado a temperatura ambiente durante 50 minutos, mientras que el proceso de tintura se hace a 60° C durante 70 minutos.

Estas condiciones de operación se determinan con ayuda del Diseño de Experimentos y a las muestras textiles resultantes se le aplican las Normas Icontec para determinar que su cumplimiento está por encima del mínimo aceptable.

Se realizan análisis fisicoquímicos a las soluciones colorantes para determinar el porcentaje de sólidos, el número de colorantes presentes en ambas (cromatografía de capa delgada y de columna), grupos funcionales presentes en las estructuras de los compuestos que constituyen las soluciones colorantes (espectro infrarrojo) y el efecto del pH sobre ellas. Como complemento se obtienen los espectros UV-VIS de ambos colorantes y se comparan con los de otros colorantes similares.

7. ESTUDIO ECONÓMICO PRELIMINAR

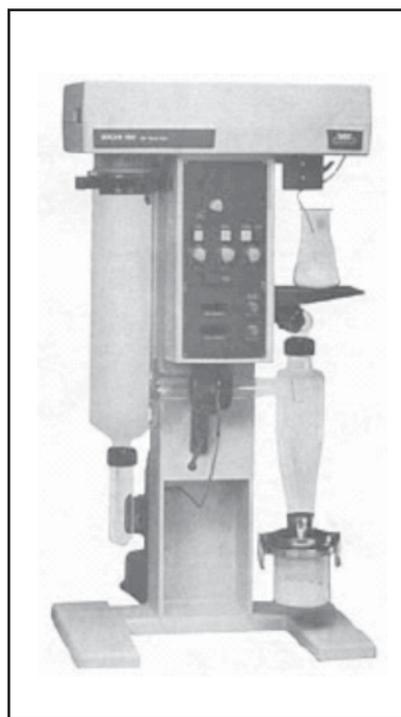
El equipo de secado por atomización que se construye es un primer prototipo, que podría considerarse a escala de laboratorio, porque su capacidad es para procesar cinco litros de solución por hora. El costo total de la construcción, incluyendo

el dibujo de planos y la compra de materiales por parte del Laboratorio de Modelos es de cerca de veinte millones de pesos, más unos diez millones de pesos por el costo de la mano de obra. Que incluye muchos reprocesos porque algunos de los planteamientos iniciales del diseño no funcionaron.

Obviamente la construcción del equipo desarrollado en este proyecto no tiene un propósito comercial, sino es un aparato para la experimentación y especialmente para contribuir a la formación académica de los estudiantes de Ingeniería de Procesos en el área de secado.

El costo de construcción de este primer prototipo se puede comparar con el valor de un equipo de atomización de la empresa Virtis que es de cerca de treinta millones de pesos, esta construido en vidrio y tiene una capacidad para manejar entre 300 y 500 mL de solución por hora. Figura 35.

FIGURA 35
Secador Buchi 190



También puede compararse con el equipo de atomización que ofrece la empresa inglesa Armfield por valor cercano a los cincuenta millones y que tiene capacidad para evaporar cerca de 1500 mL/hr de solución. Los componentes del secador están fabricados en vidrio, el panel de control en acero y tiene un calentador eléctrico de 3 Kw. Figura 36.

FIGURA 36
Secador Armfield Modelo FT 30



Por otro lado, en la ciudad existen varias empresas que tienen en funcionamiento secadores por atomización de tamaño industrial como C.I. Tecnacol y Alsec Ltda. dedicadas a la obtención de productos en polvo. Según un estudio de mercado reciente (Alzate, 2005) el precio de venta de los colorantes sintéticos en polvo es de cerca de \$ 35000.00 por kilo, mientras que el colorante natural en polvo tendría que venderse a unos \$ 500000.00 a \$55000.00 por kilo.

Desde el punto de vista económico, el proyecto de montaje de una planta a escala industrial para la extracción del colorante del Achiote resulta atractivo, con una Tasa Interna de Retorno (TIR) del 10%, mientras que el Valor Presente Neto (VPN) es de \$ 15.766.375, más el costo de la unidad de secado por atomización (Escobar, 2004).

Así mismo, en el caso de una planta piloto para la extracción del colorante de la cáscara del plátano Hartón se encuentra que la tasa de interés efectiva anual (EA) para el análisis económico es de 26.89% mientras que la Tasa Mínima de Retorno (TMR) es del 8% EA (Londoño, Alviar, 2003).

El análisis económico para una planta piloto para la producción del colorante de la semilla del Aguacate da una Tasa Interna de Retorno (TIR) del 20% con un Valor Presente Neto (VPN) del proyecto de cerca de \$ 8.000.000 más el valor equipo de secado por atomización a una Tasa Mínima de Retorno (TMR) de 10.7% (Saldarriaga, 2002).

El estudio adelantado por Bracho y Paredes (2003) para la construcción de una planta piloto para la producción del colorante del Helecho común muestra que este proyecto es viable financieramente porque la TIR es mayor que la TMR e igual al 24.76%.

8. CONCLUSIONES

En este proyecto se encuentran experimentalmente los parámetros para los procesos de obtención de los colorantes a partir de las semillas del achiote y del aguacate, de la cáscara del plátano hartón y del helecho. Con estos parámetros se diseñan los procesos para la obtención de los colorantes.

Los parámetros determinados para los procesos de extracción son los siguientes:

	Tiempo extracción	Solvente	Relación Sól/solvte	Temperatura ° C
Achiote	12-16 h 45 min	Soln KOH 2%	0.33	25
Cáscara Plátano	90 min	Sol NaOH 0.15N	0.0375	65
Semilla de Aguacate	120 min	Sol NaOH 0.5%	0.05	65
Helecho	110 min	Soln KOH 0.5%	0.16	60

Se selecciona el secador de atomización con disco rotatorio como el más conveniente para el laboratorio de Operaciones Unitarias, se dibujan los planos a partir de los criterios establecidos en un trabajo de grado realizado por el estudiante de Ingeniería de Procesos Alejandro Londoño y se construye el equipo.

Se determinan las características fisicoquímicas de los colorantes obtenidos y se evalúa su estabilidad en el teñido de algodón de nylon. Se encuentra que los colorantes obtenidos cumplen con las Normas Icontec para la determinación de la solidez del color (772, 1155, 1479 y 2292) por encima del mínimo establecido y las comparación entre las propiedades del colorante en solución y en polvo indica que éste no sufre modificación alguna en el proceso de secado por atomización.

Se compara el valor de la construcción del equipo de secado por atomización con los precios de equipos que pueden comprarse en el mercado fabricados por las empresas Armfield y Virtis. Mientras los precios de los equipos importados, para menores ratas de evaporación de agua, construidos en vidrio, están por encima de los treinta millones de pesos, este es el mismo valor de la construcción del primer prototipo fabricado en el Centro de Laboratorios de la Universidad, y cuyo costo indudablemente debe rebajar de acuerdo con la curva de aprendizaje y la experiencia adquirida.

Por otro lado, análisis económicos realizados para plantas pilotos muestran que el negocio de los colorantes naturales es rentable. Esto lo han demostrado empresas de la ciudad como C.I. Tecnacol, Alsec Ltda., así como empresas de Estados Unidos Kalsec Inc. O de Chile, Biocolor

9. BIBLIOGRAFÍA

ALZATE, Marcela y SABOGAL, Juan José. (2005). Pulverización de colorantes naturales a escala industrial. Proyecto de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.

ARIAS, Eugenio (1968) Plantas Medicinales. Octava Edición. Medellín: Editorial Bedout

BRACHO, C. A. y Paredes, R. A. (2003). Diseño de una Planta Piloto para la obtención del colorante del helecho común (*Pteridium aquilinum*). Proyecto de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.

CASTRO, Oscar et al. (1999) Neutralización del efecto hemorrágico inducido por veneno de *Bothrops asper* (Serpentes: Viperidae) por extractos de plantas tropicales. En: Revista de biología tropical, 47 (3): 605-616

CONSTAIN, V. y VILLEGAS, C. (2004). Evaluación del Proceso de tinción con los colorantes de helecho y de la cáscara del plátano hartón sobre tres fibras textiles. Proyecto de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.

CÓRDOBA V., J. A.. (1987). El Achiote: Cultivo, Beneficio y posibilidades de exportación. En: Revista ESSO Agrícola. Vol. 34, No. 1 (mar. 1987); p. 3-7

CRUZ, D. C. y PALOMINO, C. (2004). Selección de un método para teñir textiles con colorantes de las semillas del Achiote y del Aguacate. Trabajo

- de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.
- ESCOBAR, C. (2004). Diseño Básico del Proceso de extracción de colorante natural de la Semilla del Achiote. Trabajo de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.
- FDA (2003). Food and Drugs Administration. Aditivos en los Alimentos.
URL: <http://vm.cfsan.fda.gov/~mow/sfoodadd.html> (13/03/03)
- FDA (2002). Food and Drugs Administration. Summary of color additives listed for use in the United States in food, drugs, cosmetics and medical devices.
URL: <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-col2.html> (2/08/02)
- GIL, María, et al. (2000). Antioxidant activity of pomegranate juice and its relationship with phenolic composition and processing. En: Journal of agricultural food chemistry. 48: pp. 4581-4589..
- GIUSTI, Monica.(2003). Characterization and Measurement of Anthocyanins by UV-Visible Spectroscopy. En: Current Protocols in Food Analytical Chemistry. USA: (9, Apr., 2003); p. 10.
- ICONTEC. Instituto de Normas Técnicas. Normas Colombianas para la determinación de la solidez del color (NTC 772, NTC 1155, NTC 1479 y NTC 2292). Santafé de Bogotá: Editorial Icontec.
- JARAMILLO MORENO, C. A. y MUÑOZ MORENO, O. A. (1992). Extracción de colorante de Achiote. Medellín. Trabajo de Grado (Ingeniero Químico). Universidad Nacional. Facultad Nacional de Minas. Departamento de Procesos Químicos.
- KALSEC. (2003). Annatto. URL: <http://www.kalsec.com/colannat.htm> (26/03/03).
- KARRER, Pauly JUCKER, Ernst.(1950). Carotenoids. Netherlands: Elsevier Publishing Company, Inc.
- LOPERA, S. (2003). Proceso de Extracción de Colorante Natural a partir del Repollo Morado (Brassica Oleracea Var. Rubra). Trabajo de grado Ingeniería de Procesos Medellín: Universidad EAFIT.
- LONDOÑO, A. (2001) Proceso de selección de los componentes y del sistema de control de una planta de secado por atomización a escala banco. Proyecto de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.
- LONDOÑO, B. y ALVIAR, S. (2003). Diseño de una Planta Piloto para la obtención del colorante de la cáscara del Plátano hartón. Proyecto de Grado de Ingeniería de Procesos. Medellín: Universidad EAFIT.
- MADHAVI, D. L. (1996). Characterization of Anthocyanins from Ajuga pyramidalis Metallica Crispa Cell Cultures. En: Journal of Agricultural and Food Chemistry. Vol 44, No. 4; pp. 1170 – 1176.
- MARTINEZ, Alejandro. (2001). Carotenoides. Medellín: Facultad de Química Farmacéutica. Universidad de Antioquia.
- MONTGOMERY, D. C. (1991). Diseño y análisis de experimentos, México: Grupo Editorial Iberoamérica.
- MOSQUERA P., J. et al. (1989). Factibilidad Técnica e Industrial de la Extracción de Colorante del Achiote. Medellín. Trabajo de Grado (Ingeniero Químico). Universidad de Antioquia. Facultad de Ingeniería. Departamento de Química.
- NATUKOLOR S.A. (2004). Colorante de Bixina soluble en agua. <http://www.natukolor.com/bixina1.html>. (12/04/04).

- PÉREZ LÓPEZ, O. A. (2001). Cinética y Extracción de Colorantes Naturales para la Industria Textil. Puebla (Mex): Universidad de las Américas. <http://mailweb.udlap.mx/> 12/04/04).
- PHILLIP, Thomas (1976). Recovery of anthocyanin from plant sources. U.S. Patent 3.963.700 (15/06/1976).
- PIFFERI, Pier G. (1979) Process for obtaining a dye substance of vegetal origin. U.S. Patent 4.156.077 (22/05/1979).
- RICCO, Rafael et al. (2004). Taninos condensados de *Ephedra chilensis* k. presl (E. andina poepp. Ex may.) – Ephedraceae-. <http://www.dominguezia.org.ar/volumen/articulos/18-2.pdf> (04/04/04).
- RIGGE, Lauren. (2001). Everyday plants make extraordinary dyes. En: Countryside and Small Stock Journal. Vol. 85, No. 6 (nov – dic 2001); p. 68.
- SALDARRIAGA , L. (2001). Diseño de un Proceso de extracción de colorante natural a partir de la semilla del Achiote (*Bixa orellana*). Trabajo de Grado. Medellín: Universidad EAFIT.
- SALDARRIAGA, D. (2002). Diseño de un proceso de extracción industrial del colorante de la semilla del Aguacate. Trabajo de Grado. Medellín: Universidad EAFIT.
- SAHAZA CARDONA, Diana Patricia. 2003. El Achiote. URL: <http://www.unalmed.edu.co/~crsequed/ACHIOTE.htm> (14/03/03).
- SCOTTER, Michael et al. (1998). Analysis of Annatto (*Bixa orellana*) food coloring formulations. 1. Determination of coloring components and colored thermal degradation products by high-performance liquid chromatography with photodiode array detection. En: Journal of Agricultural Food Chemistry. 46: pp. 1031-1038.
- SEMARNAT. Secretaria del medio ambiente y recursos naturales. (2003). Especies con Usos No Maderables en Bosques de Encino, Pino y Pino-Encino [online]. México. [citado Abr. 24 de 2003] . Colorantes y Taninos. Disponible desde Internet: < <http://www.semarnat.gob.mx/pfnm/Taninos.html> >
- UBC. University of British Columbia. (2003). Faculty of Agricultural Sciences. Chemistry Of Food Systems [online]. Vancouver (BC). Ultima actualización Abril 1 de 2003 [citado Abr. 7 de 2003]. Módulos del curso. Disponible desde Internet: <<http://www.agsci.ubc.ca/courses/fnh/410/modules.htm#Colour> >
- UNAL, 2004.Obtención de pulpa de fruta: Control calidad. <http://www.virtual.unal.edu.co/cursos/agronomia/71180/teoria/obpulpfru/p7.htm> (28/01/2004)
- WADE JR, L.G. (1993). Química Orgánica. 2 ed. México: Prentice Hall. 1312 p.
- WARMI (2002) – Tintes Naturales: Teñido y Mordentado. URL: <http://warmi.hypermart.net/warmi.htm> (15/05/2003)
- WROLSTAD, R. (2000). Characterization and Measurements of Anthocyanins by UV – VIS Spectroscopy. Universidad del Estado de Oregon: John Wiley & Sons.

AGRADECIMIENTOS

Se agradece el apoyo financiero para el desarrollo de este trabajo otorgado por la Universidad EAFIT por intermedio del Comité de Investigaciones y al personal técnico del Centro de Laboratorios y a todos los estudiantes que participaron en la investigación. Así mismo se agradece la colaboración del profesor Jaime Bermúdez quien diseño el sistema de alimentación y elaboró los planos para la construcción del equipo.

TÍTULOS PUBLICADOS EN ESTA COLECCIÓN

Cuaderno 1 - Marzo 2002

**SECTOR BANCARIO Y COYUNTURA
ECONÓMICA EL CASO COLOMBIANO
1990 - 2000**

Alberto Jaramillo, Adriana
Ángel Jiménez, Andrea Restrepo Ramírez,
Ana Serrano Domínguez y Juan Sebastián
Maya Arango

Cuaderno 2 - Julio 2002

**CUERPOS Y CONTROLES, FORMAS
DE REGULACIÓN CIVIL. DISCURSOS Y
PRÁCTICAS EN MEDELLÍN 1948 – 1952**

Cruz Elena Espinal Pérez

Cuaderno 3 - Agosto 2002

UNA INTRODUCCIÓN AL USO DE LAPACK

Carlos E. Mejía, Tomás Restrepo y Christian
Trefftz

Cuaderno 4 - Septiembre 2002

**LAS MARCAS PROPIAS DESDE
LA PERSPECTIVA DEL FABRICANTE**

Belisario Cabrejos Doig

Cuaderno 5 - Septiembre 2002

**INFERENCIA VISUAL PARA LOS
SISTEMAS DEDUCTIVOS LBPCO, LBPC Y
LBPO**

Manuel Sierra Aristizábal

Cuaderno 6 - Noviembre 2002

**LO COLECTIVO EN LA CONSTITUCIÓN DE
1991**

Ana Victoria Vásquez Cárdenas,
Mario Alberto Montoya Brand

Cuaderno 7 - Febrero 2003

**ANÁLISIS DE VARIANZA DE LOS
BENEFICIOS DE LAS EMPRESAS
MANUFACTURERAS EN COLOMBIA,
1995 – 2000**

Alberto Jaramillo (Coordinador),
Juan Sebastián Maya Arango, Hermilson
Velásquez Ceballos, Javier Santiago Ortiz,
Lina Marcela Cardona Sosa

Cuaderno 8 - Marzo 2003

**LOS DILEMAS DEL RECTOR: EL CASO
DE LA UNIVERSIDAD EAFIT**

Álvaro Pineda Botero

Cuaderno 9 - Abril 2003

INFORME DE COYUNTURA: ABRIL DE 2003

Grupo de Análisis de Coyuntura Económica

Cuaderno 10 - Mayo 2003

GRUPOS DE INVESTIGACIÓN

Escuela de Administración

Dirección de Investigación y Docencia

Cuaderno 11 - Junio 2003

**GRUPOS DE INVESTIGACIÓN ESCUELA DE
CIENCIAS Y HUMANIDADES, ESCUELA DE
DERECHO, CENTRO DE IDIOMAS Y
DEPARTAMENTO DE DESARROLLO
ESTUDIANTIL**

Dirección de Investigación y Docencia

Cuaderno 12 - Junio 2003

**GRUPOS DE INVESTIGACIÓN -
ESCUELA DE INGENIERÍA**

Dirección de Investigación y Docencia

Cuaderno 13 - Julio 2003

**PROGRAMA JÓVENES INVESTIGADORES –
COLCIENCIAS: EL ÁREA DE LIBRE COMERCIO
DE LAS AMÉRICAS Y**

LAS NEGOCIACIONES DE SERVICIOS

Grupo de Estudios en Economía y Empresa

Cuaderno 14 - Noviembre 2003

BIBLIOGRAFÍA DE LA NOVELA COLOMBIANA

Álvaro Pineda Botero, Sandra Isabel Pérez,
María del Carmen Rosero y María Graciela Calle

Cuaderno 15 - Febrero 2004

PUBLICACIONES Y PONENCIA 2003

Dirección de Investigación y Docencia

Cuaderno 16 - Marzo 2004

**LA APLICACIÓN DEL DERECHO
EN LOS SISTEMAS JURÍDICOS
CONSTITUCIONALIZADOS**

Gloria Patricia Lopera Mesa

Cuaderno 17 - Mayo 2004

**PRODUCTOS Y SERVICIOS FINANCIEROS A
GRAN ESCALA PARA LA MICROEMPRESA:
HACIA UN MODELO VIABLE**

Nicolás Ossa Betancur

Cuaderno 18 - Mayo 2004

**ARTÍCULOS RESULTADO DE LOS
PROYECTOS DE GRADO REALIZADOS POR
LOS ESTUDIANTES DE INGENIERÍA DE
PRODUCCIÓN QUE SE GRADUARON EN EL
2003**

Departamento de Ingeniería de Producción

Cuaderno 19 - Junio 2004

**ARTÍCULOS DE LOS PROYECTOS DE GRADO
REALIZADOS POR LOS ESTUDIANTES DE
INGENIERÍA MECÁNICA QUE SE GRADUARON
EN EL AÑO 2003**

Departamento de Ingeniería Mecánica

Cuaderno 20 - Junio 2004

**ARTÍCULOS RESULTADO DE LOS
PROYECTOS DE GRADO REALIZADOS
POR LOS ESTUDIANTES DE INGENIERÍA DE
PROCESOS QUE SE GRADUARON EN
EL 2003**

Departamento de Ingeniería de Procesos

Cuaderno 21 - Agosto 2004

**ASPECTOS GEOMORFOLÓGICOS DE LA
AVENIDA TORRENCIAL DEL 31 DE ENERO DE
1994 EN LA CUENCA DEL RÍO FRAILE Y
SUS FENÓMENOS ASOCIADOS**

Juan Luis González, Omar Alberto Chavez,
Michel Hermelín

Cuaderno 22 - Agosto 2004

**DIFERENCIAS Y SIMILITUDES EN LAS
TEORÍAS DEL CRECIMIENTO ECONÓMICO**

Marleny Cardona Acevedo, Francisco Zuluaga
Díaz, Carlos Andrés Cano Gamboa,
Carolina Gómez Alvis

Cuaderno 23 - Agosto 2004

GUIDELINES FOR ORAL ASSESSMENT

Grupo de investigación Centro de Idiomas

Cuaderno 24 - Octubre 2004

**REFLEXIONES SOBRE LA INVESTIGACIÓN
DESDE EAFIT**

Dirección de investigación y Docencia

Cuaderno 25 - Septiembre 2004

**LAS MARCAS PROPIAS DESDE
LA PERSPECTIVA DEL CONSUMIDOR FINAL**

Belisario Cabrejos Doig

Cuaderno 26 - Febrero 2005

PUBLICACIONES Y PONENCIAS -2004-

Dirección de investigación y Docencia

Cuaderno 27 - Marzo 2005

EL MERCADEO EN LA INDUSTRIA DE LA CONFECCIÓN - 15 AÑOS DESPUÉS -

Belisario Cabrejos Doig

Cuaderno 28 - Abril 2005

LA SOCIOLOGÍA FRENTE A LOS ESPEJOS DEL TIEMPO: MODERNIDAD, POSTMODERNIDAD Y GLOBALIZACIÓN

Miguel Ángel Beltrán, Marleny Cardona Acevedo

Cuaderno 29 - Abril 2005

“OXIDACIÓN FOTOCATALÍTICA DE CIANURO”

Grupo de Investigación Procesos Ambientales y Biotecnológicos. GIPAB

Cuaderno 30 - Mayo 2005

EVALUACIÓN A ESCALA DE PLANTA PILOTO DEL PROCESO INDUSTRIAL PARA LA OBTENCIÓN DE ACEITE ESENCIAL DE CARDAMOMO, BAJO LA FILOSOFÍA “CERO EMISIONES”

Grupo de Investigación Procesos Ambientales y Biotecnológicos. GIPAB

Cuaderno 31 - Junio 2005

LA DEMANDA POR FORMACIÓN PERMANENTE Y CONSULTORÍA UNIVERSITARIA

Enrique Barriga Manrique

Cuaderno 32 - Junio 2005

ARTÍCULOS DE LOS PROYECTOS DE GRADO REALIZADOS POR LOS ESTUDIANTES DE INGENIERÍA MECÁNICA QUE SE GRADUARON EN EL AÑO 2004

Escuela de Ingeniería

Departamento de Ingeniería Mecánica

Cuaderno 33 - Julio 2005

PULVERIZACIÓN DE COLORANTES NATURALES POR SECADO POR ATOMIZACIÓN

Grupo de Investigación Desarrollo y

Diseño de Procesos -DDP-

Departamento de Ingeniería de Procesos

Copias disponibles en:

www.eafit.edu.co/investigacion/cuadernosdeinv.htm