

Planta piloto

para obtener colorante de la semilla del achiote (*Bixa orellana*)

Jorge Enrique Devia Pineda

Doctor en Química. Docente de la Universidad EAFIT,
Departamento de Ingeniería de Procesos.
jdevia@eafit.edu.co

Liliana Saldarriaga Calderón

Estudiante de Ingeniería de Procesos de la Universidad EAFIT.
calidad@rotoplast.com.co



Recepción: 16 de septiembre de 2002 | Aceptación: 6 de diciembre de 2002

Resumen

Uno de los colorantes naturales más conocidos y de mayor aplicación en diferentes industrias es el que se obtiene a partir de la semilla del achiote (*Annatto*). En este artículo, por medio de un diseño de experimentos, se seleccionan los parámetros necesarios para el diseño de una planta piloto para obtener el colorante, a saber, tipo de solvente, relación cantidad de semilla / volumen de solvente, pH y tiempo de agitación. Con estos parámetros se diseña una planta piloto para la cual se seleccionan los equipos necesarios que se organizan según el correspondiente diagrama de flujo.

Palabras Claves

Proceso/ Planta piloto/
Achiote/ Colorante natural

Abstract

One of the best known and most widely used natural colorants is that obtained from the seed of the *Achiote* (*Annatto*). In this article, the parameters -type of solvent, amount of seed, pH, and required time of agitation- needed for the design of a pilot plant to obtain the colorant, are selected through experimental design. Given these parameters, a pilot plant can be designed and its necessary equipment selected to be placed according to the corresponding flow diagram.

Key Words

Process/ Pilot Plant/
Annatto seed/ Natural colorant

1. Introducción



urante los últimos años los colorantes sintéticos han estado sometidos a un ataque constante, debido a que en muchos de ellos se han detectado efectos cancerígenos y otros producen alergias y otros daños en la piel. Por estas razones se espera en pocos años desaparezcan del mercado y sean remplazados por colorantes naturales que, como el que se obtiene del achiote, están exentos de certificación y no se han encontrado efectos dañinos sobre la salud de los seres humanos. (FDA, 2001; Sahaza, 2001).

El colorante obtenido de las semillas del achiote (*annatto*) se utiliza en las industrias de los derivados lácteos, cárnicos, grasas, helados, cosméticos, condimentos, cerámica, pintura, tintes, jabones, esmaltes, barnices, lacas, teñido de sedas y telas de algodón y en la medicina y la industria farmacéutica (Córdoba, 1987; Bernal, 1989; ABP, 2001; Juárez, 2001; Kalsec, 2001; Nair, 2002; Nichols, 2003).

La amplia bibliografía sobre el achiote demuestra gran conocimiento de los aspectos agronómicos de la planta y sobre algunos métodos de extracción del colorante, unos muy rudimentarios, otros más técnicos, pero que finalmente se refieren a métodos realizados a escala de laboratorio (Schultz, 1980; Schmidt, 1985; Córdoba, 1987; Mosquera, 1989; Bernal, 1989; Jaramillo, 1992; Sahaza, 2001). Sin embargo, acerca de un diseño del proceso de extracción que pueda llevarse a cabo a una escala mayor, los reportes bibliográficos son más escasos. No obstante, en un trabajo de grado realizado por estudiantes de la Universidad Nacional, se presenta un estudio de variables del proceso extractivo del colorante, tales como el solvente que se utiliza, su concentración, la relación de cantidad de semilla a volumen de solvente, el pH, el tiempo de agitación, entre otras, con el fin de establecer los parámetros necesarios para dimensionar el proceso a escala piloto (Jaramillo, 1992).

La remoción del pigmento de la semilla *Annatto* se puede hacer por medios biotecnológicos, empleando una solución acuosa de alfa-enzimas a temperatura y tiempo suficientes para la extracción (Schultz, 1980). También es posible obtener el colorante de *Annatto* soluble en ácido en forma pulverizada, mezclando un extracto de *Annatto* soluble en solución alcalina con una dispersión acuosa de un derivado del almidón y por secado lograr el producto deseado (Schmidt, 1985). Para extraer el pigmento del material de la planta hay un proceso que incluye combinar el material de la planta desmenuzado con una enzima, pectinasa, celulasa o hemicelulasa, la cual rompe la pared celular de las células liberando los carotenoides contenidos en ellas (Thomas, 1998).

En este trabajo se hace uso de la experiencia y de los datos de muchos investigadores para, con base en un diseño de experimentos de tipo factorial, comprobarlos y adaptar sus conclusiones con el propósito de plantear el diseño de una planta piloto eficiente y económicamente viable para obtener el colorante de la semilla del achiote (*Bixa orellana*).

1.1 Características generales del achiote

El cultivo del achiote (*Bixa orellana*), conocido también como annato, achote, onnote, cocote, bija, bixa, urucu, etc., es originario de la América Tropical. A la llegada de los Europeos, el achiote era cultivado desde México hasta Brasil, siendo su área de origen, posiblemente, la hoya amazónica. El uso inicial del achiote fue para pintura y tatuaje del cuerpo, como se utiliza aún entre ciertas tribus nativas de Sur América, protegiéndose así de los insectos, además de utilizarlo para teñir telas de algodón y algunos utensilios de cocina. (Bernal, 1989; ABP, 2001; Sahaza, 2001).

La planta del achiote es un arbusto de rápido crecimiento, que alcanza de cuatro a seis metros de altura, su aspecto es robusto, con flores muy vistosas y de color blancas o rosadas según sea la variedad; el fruto es una cápsula de color pardo rojizo o amarillo verdoso que contiene de 30 a 45 semillas cubiertas por una delgada capa o arilo que, por su contenido de *Bixina*, es de color rojo o

anaranjado y constituye la sustancia tintórea propiamente. Botánicamente tiene la siguiente clasificación (Córdoba, 1987; Bernal, 1989; Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992):

Subdivisión: Angiosperma

Clase: Dicotiledóneas

Orden: Parietales

Familia: Bixáceas

Género: Bixa

Especies: *B. Orellana* Linneo, *B. Sphaerocarpa* Triana, *B. Urucurana* Willd, *B. Purpurea* Hort, etc.

Según el tipo de flores, se pueden considerar dos variedades de achiote, clasificadas así: la de flores blancas que da cápsulas amarillo-verdosas, con igual coloración de la tintura y tiene un 10.4% de colorante; y la de flores rosadas que dan cápsulas rojizas y tiene un 8.2% de colorante (Seminario de Agronomía, 1975, 1990). Sin embargo, en los mercados nacional y extranjero no se establece diferencia de precios.

1.2 Características fisicoquímicas de la semilla del achiote

El principal constituyente colorante de la semilla del achiote es la bixina, que se encuentra en la cubierta exterior de la semilla del fruto, representa más del 80% de los pigmentos presentes, lo cual facilita su extracción; los componentes principales de la semilla del achiote son: (Córdoba, 1987; Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992; CNP, 2001; SDIC, 2001).

- Resina
- Orellina (materia colorante amarilla)
- Bixina (materia colorante roja) (80%)
- Aceite Volátil y aceite Graso

Según diferentes fuentes, la composición tanto química como nutricional de la semilla del achiote es muy variada, como puede observarse en las Tablas 1 y 2 (Córdoba, 1987; Jaramillo, 1992; CNR, 2001; SDIC, 2001).

Tabla 1. Composición química de la semilla del achiote

Composición química (%)	
Humedad	8.00 – 13.00
Proteína	13 – 14.24
Celulosa	13.8
Fibra Cruda	18.48
Almidones	11.45
Carbohidratos totales	39.91
Ceniza	4.50 – 7.97
Energía	54 kcal

Tabla 2. Composición nutricional de la semilla del achiote

Composición (mg/100g)	
Calcio	7
Fósforo	10
Hierro	1.4
Vitamina A	45 mg
Riboflavina	0.2
Niacina	1.46
Tiamina	0.39
Ácido Ascórbico	12.5

Tabla 3. Composición del pigmento del achiote

Composición (g/100g)	
Proteínas	12.3 – 13.2
Pectina	0.23
Carbohidratos	39.91 – 47.90
Ceniza	5.44 – 6.92
Taninos	0.33 – 0.91
Pentosanos	11.35 – 14.97
Carotenoides	1.21 – 2.30
β-carotenos	6.8 – 11.30 mg

El colorante. El principal componente del colorante de la semilla del achiote es la bixina, de color rojo oscuro. Químicamente, es un ácido carotenóico de fórmula empírica $C_{25}H_{30}O_4$, que se presenta como isómero geométrico del tipo *cis*, pero que puede convertirse a su forma *trans*, más estable (Jaramillo, 1992). Es insoluble en agua y ligeramente soluble en cloroformo, aceites vegetales, acetato de etilo y propilenglicol. En la Figura 1 aparece su fórmula estructural (Mosquera, 1989; Kalsec, 2001):

El pigmento de la semilla del achiote, que se encuentra en la parte más externa, tiene diferentes compuestos según se muestra en la Tabla 3 (Córdoba, 1987; Bernal, 1989; Jaramillo, 1992).

Al hervir la bixina en una solución de álcali, se forma una molécula de metanol y una sal dipotásica que, por acidificación, produce el *ácido dibásico norbixina*, $C_{24}H_{28}O_4$ (Figura 2), pigmento carotenóide soluble en agua (Bernal, 1989; Jaramillo, 1992).

2. La extracción del colorante

2.1 Extracción rudimentaria

Se conocen diversas formas de extraer el colorante de las semillas del achiote, unas muy rudimentarias y otras no tanto que, finalmente, con el pasar del tiempo se han ido mejorando. Algunas de estas técnicas son:

- Las semillas separadas de las cápsulas maduras, se colocan en suficiente agua hirviendo con el fin de que el tinte se desprenda fácilmente de éstas; luego se separan las semillas, se deja fermentar la pasta una semana aproximadamente; se elimina el agua quedando la pasta sola, que permite modelar el producto para darle la forma más conveniente y aceptada por el consumidor (Sahaza, 2001).
- Uno de los métodos más antiguos y prácticamente abandonado, consiste en machacar las semillas entre cilindros para formar una mezcla con el tinte del achiote. A la masa resultante se

Figura 1. Ácido *cis*-polieno monometiléster dicarboxílico

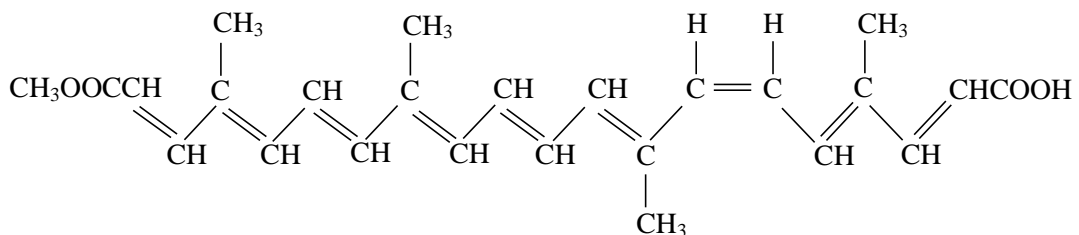
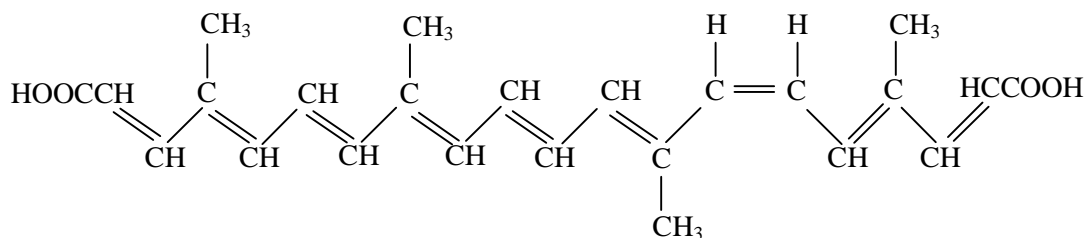


Figura 2. Estructura de la norbixina (Kalsec, 2001)



le agrega una cantidad suficiente de agua y cuando sedimenta se le retira el agua clara y se deja hirviendo por dos o tres horas. Al retirarla del fuego, se exprime bien por medio de una prensa para sacarle el agua. De esta manera la pasta queda lista para empaclarla y venderla directamente (Córdoba, 1987).

2.2 Extracción industrial

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

- **Álcali acuoso:** La bixina es un ácido carboxílico que, al agregarle un álcali acuoso, forma sales del álcali solubles en agua, lo cual hace posible extraer fácilmente el colorante. 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:** Consiste en extraer el colorante diluyéndolo en aceite vegetal caliente, para venderlo en forma de solución concentrada destinada a la pigmentación de algunos productos lácteos y para fines culinarios (Córdoba, 1987; Jaramillo, 1992).
- **Propilenglicol:** El proceso de extracción con el propilenglicol 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 especialmente derivados lácteos (Jaramillo, 1992).

2.3 Selección del proceso de extracción del colorante

Entre los diferentes métodos y solventes conocidos para extraer el colorante del achiote, se escoge,

para llevar a cabo los ensayos a escala de laboratorio, el que emplea una solución de hidróxido de potasio, con base en los siguientes criterios:

- Estudios realizados con diferentes solventes, muestran que el colorante con mejor rendimiento y calidad, es el obtenido utilizando hidróxido de potasio en solución (Jaramillo, 1992).
- Según Proexport, el solvente que extrae un porcentaje de 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 utilización del hidróxido de potasio como solvente, cuando se recurre al método de extraer el colorante con una solución de álcali, es muy común entre algunas empresas extranjeras; entre ellas se encuentra KALSEC, una empresa localizada en Estados Unidos dedicada a la extracción del colorante de achiote, *Annatto*, no sólo con una solución alcalina, sino también con aceites vegetales, óleo-resinas, entre otros, encontrando que el hidróxido de potasio es el indicado para realizar dicha extracción con solución alcalina (Kalsec, 2001).
- De los solventes aceptados es el más económico, porque aunque algunos pueden ser recuperados por destilación al vacío, éste es un procedimiento que implica costos adicionales para el proceso.

2.4 Descripción del proceso de extracción

Las variables del proceso se determinan a partir de una secuencia de actividades que se inicia con la selección adecuada de las semillas, porque se ha comprobado que mientras más frescas se encuentren, mejor rendimiento y calidad se obtiene (Jaramillo, 1992). Se determina la humedad de las semillas dejando un peso determinado de éstas en una estufa a 110° C, durante dos horas hasta alcanzar su peso constante. La diferencia de pesos sirve para calcular el porcentaje de humedad. Las semillas pesadas, se dejan en remojo en la solución alcalina (KOH) por un período de 12 horas. Luego se separa la solución coloreada y las semillas que quedan se mezclan con otra parte de la solución

de KOH y se agitan durante un tiempo que se determina experimentalmente.

Después de la agitación, las semillas se separan nuevamente, 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 una suspensión del colorante, con un pH ácido y un color rojo intenso. De esta mezcla se parte para obtener el colorante en diferentes presentaciones, según la aplicación que se quiere dar, bien sea en polvo o en solución.

Para efectos de experimentación en el laboratorio, el proceso continúa hasta obtener el colorante en polvo; para tal efecto, la solución acidificada se filtra al vacío para acelerar el proceso, con el fin de obtener una torta del colorante que se seca en un horno. Finalmente la pasta obtenida se muele en mortero, para conseguir el colorante en polvo y se pesa para determinar rendimientos.



2.4.1 Variables del proceso (Saldarriaga, 2001)

El proceso, cuya secuencia de actividades se ilustra en la figura 3, tiene diferentes variables, unas más importantes que otras, pero finalmente todas intervienen en éste para lograr un buen rendimiento: concentración del solvente, relación cantidad de semilla a volumen de solvente, tiempo de agitación, velocidad de agitación, pH y temperatura de secado.

Concentración del solvente: Como se deben emplear bajas concentraciones de álcali para no degradar el colorante, este parámetro se maneja como variable del proceso porque, en parte, de ella depende el desprendimiento del colorante de las semillas, teniendo en cuenta que en los estudios realizados se han trabajado concentraciones entre 0.5% P/V y 2% P/(peso por volumen) (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

diminución 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/(peso por volumen) (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

Relación cantidad de semilla-volumen de solvente: Es una variable importante porque indica cual debe ser el volumen adecuado de solvente para un peso determinado de semillas. En los ensayos realizados se manejan relaciones de 1:2, 1:3 y 1:4, con resultados muy cercanos a los obtenidos con la relación 1:3, encontrada en la literatura. Por lo tanto, y teniendo en cuenta las relaciones utilizadas por Mosquera y Jaramillo (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992), ésta es una de las variables que se evalúan.

Tiempo de agitación: El tiempo de agitación es otra de las variables que se debe considerar en el proceso, porque es necesario determinar cuánto tiempo 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 (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

Velocidad de agitación: La velocidad de agitación es otro parámetro importante, porque a bajas velocidades se obtiene un mayor rendimiento. Por limitaciones del equipo usado en el laboratorio, la mínima velocidad obtenida fue de 140 rpm, la cual se fija como un parámetro definido por las características del agitador.

pH: Cuando se desea que la presentación final del colorante sea en polvo, se requiere precipitar el pigmento con ácido sulfúrico antes de filtrar. En un intervalo entre 2 – 2,5 se obtiene un mayor rendimiento en la precipitación (Jaramillo, 1992).

Temperatura de secado: Se usa una temperatura máxima de 57°C para el secado, porque experimentalmente se ha encontrado, en estudios anteriores, que a temperaturas por encima de 60°C la bixina se degrada, disminuyéndose la calidad del colorante y el rendimiento del proceso (Jaramillo, 1992).

2.5 Diseño de experimentos

Los parámetros del proceso se determinan por medio de un diseño de experimentos del tipo factorial con dos niveles, para encontrar las interacciones adecuadas que permiten obtener el mayor rendimiento en la obtención del colorante.

Las variables seleccionadas para realizar los ocho ensayos correspondientes al diseño de experimentos son:

Relación semilla-solvente (gr/mL): 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

Se mantienen fijos la velocidad de agitación (140 rpm), el pH (2 a 2.5) y la temperatura de secado (57° C).

3. Resultados y análisis

3.1 Resultados experimentales

Los experimentos se realizan por duplicado, con 100 gramos de semilla fresca, con humedad promedio de 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 4.

En la Tabla 4 se observa que:

Con la relación semilla/solvente 1:3, se obtiene mayor rendimiento de colorante. Esto se explica de los ensayos realizados, porque con relaciones 1:2, no hay un buen contacto entre la solución y las semillas. Se comprueba así la relación encontrada por Mosquera y Jaramillo (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992).

Cuando la concentración de la solución de KOH es del 2% P/V, se obtiene mayor cantidad de colorante, sin desprestigiar 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 en 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% (Bernal, 1989, Seminario de Agronomía 1975, 1990). La Tabla 4 muestra que el mayor rendimiento de la extracción del colorante es del 7.96%, en el experimento 13, por lo tanto la eficiencia total del proceso es del 97%.

3.2 Análisis de Varianza (ANDEVA)

El resumen de los resultados obtenidos en los diferentes ensayos resultantes del diseño de experimentos factorial, realizados por duplicado se presenta en la tabla de Análisis de Varianza (ANDEVA), que presenta en la Tabla 5, de la cual se determina la significancia de las variables y de sus interacciones (Saldarriaga, 2001).

Tabla 4. Resultados del proceso de extracción

Relación Semilla/ solv	Concentración solvente	Tiempo de agitación	pH	Peso de semilla sin colorante	Peso total de colorante
1:2	2% P/V	30 min.	2.46	91.52 gr	7.52 gr
1:2	2% P/V	30 min.	2.47	90.16 gr	7.43 gr
1:2	1% P/V	30 min.	2.43	94.33 gr	4.05 gr
1:2	1% P/V	30 min.	2.47	92.75 gr	6.012 gr
1:3	2% P/V	30 min.	2.5	93.90 gr	6.67 gr
1:3	2% P/V	30 min.	2.48	91.78 gr	6.24 gr
1:3	1% P/V	30 min.	2.47	90.85 gr	6.33 gr
1:3	1% P/V	30 min.	2.45	93.27 gr	5.97 gr
1:2	2% P/V	45 min.	2.47	93.97 gr	5.908 gr
1:2	2% P/V	45 min.	2.46	92.25 gr	6.31 gr
1:2	1% P/V	45 min.	2.45	93.11 gr	4.20 gr
1:2	1% P/V	45 min.	2.46	92.49 gr	4.51 gr
1:3	2% P/V	45 min.	2.49	88.98 gr	7.96 gr
1:3	2% P/V	45 min.	2.46	89.54 gr	7.56 gr
1:3	1% P/V	45 min.	2.43	90.44 gr	7.23 gr
1:3	1% P/V	45 min.	2.47	91.26 gr	7.46 gr

Figura 3. Secuencia de las actividades realizadas en el laboratorio para obtener el colorante

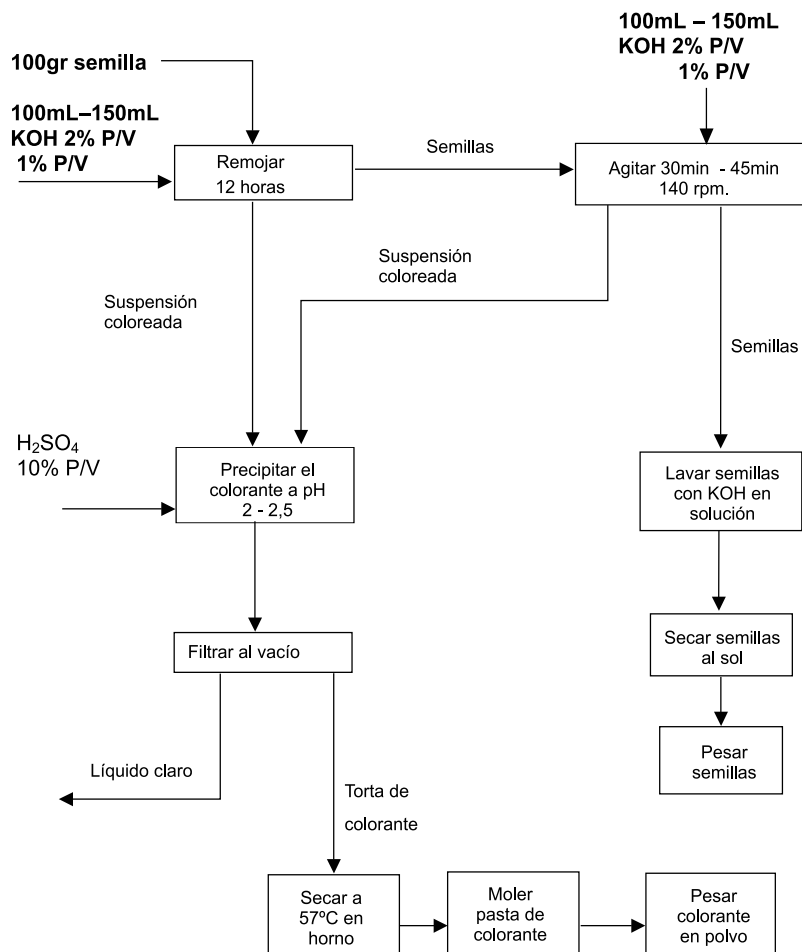


Tabla 5. ANDEVA

Fuente de variación	Suma cuadrados	Grados de libertad	Media de cuadrados	F ₀	FCrítico
Tiempo agitación	0,0524	1	0,0524	0,1806	8,3895
Semilla/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/Solv*Conc	3,0263	1	3,0263	10,4284	8,3895
Tiem*Sem/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 F crítico, en la Tabla 5, se observa que todas las variables que intervienen en el proceso y sus interacciones son significativas, con excepción del tiempo de agitación, la interacción tiempo de agitación con concentración del solvente y la interacción triple; es decir, que todas las otras variables 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 cantidad de semilla a volumen de solvente.

Del análisis de varianza se observa la mayor incidencia de la concentración del solvente y de la relación cantidad de semilla a volumen del solvente, y por supuesto la interacción entre estos dos factores. Por otro lado, hay una notable interacción entre el tiempo de agitación de la semilla en la solución de KOH con la relación entre la cantidad de semilla y el volumen del solvente, que está relacionada con el mayor contacto entre el sólido y el líquido.

Experimentalmente (Tabla 4) se encuentra que el mejor rendimiento de colorante se obtuvo con 45 minutos de agitación, una concentración del solvente del 2% y una relación de cantidad de semilla (gr) a volumen de solvente (mL) de 1:3.

3.3 Caracterización de colorante

Para caracterizar el colorante se usan técnicas de análisis como: espectroscopia infrarroja, UV-VIS y cromatografía en capa delgada.

Análisis cromatográfico en capa delgada: Se seleccionan diferentes eluentes, tales como: cloroformo, acetato de etilo y éter de petróleo en relación 7:3, acetato de etilo y metanol. El colorante se diluye en un solvente como cloroformo, acetato de etilo y éter de petróleo, o acetato de etilo para hacer una cromatografía de capa fina.

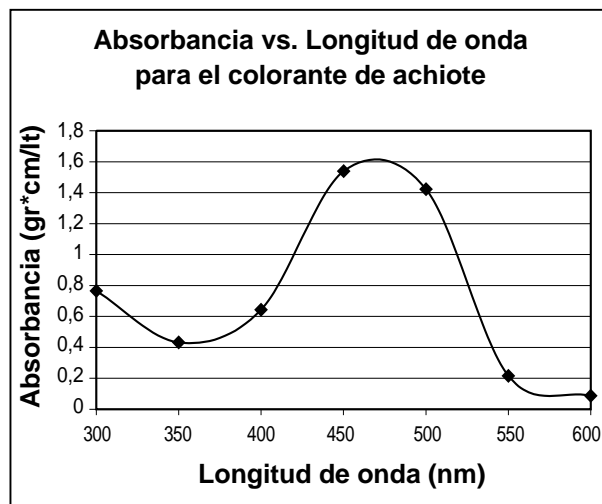
De los eluentes utilizados, todos separan un solo componente entre la parte intermedia y el 80 % de la placa. Sin embargo, utilizando como eluyente metanol, el colorante se logra separar ligeramente en 2 componentes, uno en la parte intermedia de color rojo-anaranjado y el otro un poco más arriba. En la literatura revisada, se encuentra que la bixina pura, se separa en la parte intermedia, comprobando así que uno de los componentes presentes en el colorante obtenido es la bixina (Jaramillo, 1992).

Análisis UV-VIS: La bixina y los isómeros se determinan espectrofotométricamente, al igual que los pigmentos amarillos (orellina) en un espectrofo-

tómetro Spectronic 20, Genesys 2PC. Para determinar la longitud de onda a la cual el colorante tiene la máxima absorbancia, se toma 1 gramo de muestra del colorante y se transfiere a un balón de 100 mL aforando con solución al 5% de KOH. Luego se toma una alícuota de 1 mL de la solución anterior y se lleva a un segundo balón de 100 mL y se afora con solución al 5% de KOH. Mediante el espectrofotómetro se hace un barrido de absorbancias entre 300 nm y 600 nm.

La gráfica de absorbancia vs. longitud de onda, Figura 4, deja ver claramente que la máxima absorbancia se encuentra en un rango de 450 nm a 500 nm de longitud de onda. Lo anterior se corrobora con lo encontrado en la literatura (Mosquera, 1989; Jaramillo, 1992; Kalsec, 2001), que a 480nm se presenta la mayor absorbancia para el colorante del achiote.

Figura 4. Gráfica de absorbancia vs. longitud de onda para el colorante del achiote



Espectro infrarrojo: El espectro infrarrojo del colorante se obtiene por el método de la pastilla de KBr, en un espectrofotómetro Perkin-Elmer modelo Spectrum DX.

El espectro obtenido muestra un pico sobresaliente aproximadamente a los 1600 cm^{-1} , representativo de los grupos carbonilos, los cuales son característicos de la estructura química de la bixina. Entre los 1700 cm^{-1} y los 1800 cm^{-1} se presenta una serie de picos consecutivos que, aunque no son muy sobresalientes, son representativos de los

dobles enlaces en las estructuras orgánicas, lo cual también es característico de la estructura de la bixina.

4. Diseño de la Planta piloto

4.1 Parámetros y criterios de diseño

Con base en los resultados obtenidos en el diseño de experimentos, se establecen los siguientes parámetros para cada una de las variables estudiadas:

Relación cantidad de semilla/ volumen de solvente: 1:3 P/V (peso/volumen)

Concentración del solvente (KOH): 2% P/V (peso/volumen).

Tiempo de agitación: 45 minutos a 140 rpm

Para el diseño de la planta piloto se establecen como criterios una producción diaria de 50 kg de colorante, trabajando 20 días al mes, para un total de 1 tonelada de colorante en polvo mensualmente.

El diseño se desarrolla hasta obtener el colorante en polvo, por precipitación con ácido sulfúrico y posterior filtración, secado y molienda. Ensayos preliminares en el laboratorio indican que otra alternativa para obtener el colorante en polvo es que, en lugar de la precipitación con ácido, se utilice un secador por atomización para pulverizar la solución alcalina coloreada.

Para producir 50 kg por día de colorante, se procesan 5 lotes de producción de 10 kg cada uno. De acuerdo con la Tabla 4, se estima un porcentaje de rendimiento de extracción cercano al 8%.

4.2 Operaciones y selección de equipos

Remojo de semilla con solución de KOH. Para obtener 10 kg de colorante, con un rendimiento de 7.96%, se necesitan 126 kg de semilla fresca. La cantidad de semilla necesaria por semana es 3150 kg. Cumpliendo con la relación semilla/solvente ya determinada, a esta cantidad de semilla se le adicionan 189 litros de solución alcalina de KOH al 2% P/V de concentración, de los 378 litros

requeridos en total, y se deja remojando durante 12 horas. La semilla se separa de la solución coloreada y se pasa al tanque de agitación. La solución coloreada se lleva al tanque de precipitación.

Equipos: El tanque para remojar la semilla durante 12 horas, con la mitad del volumen requerido de solución de KOH tiene un volumen total de 320 litros.

Agitación: En esta etapa se agitan las semillas con el volumen restante de la solución de KOH, es decir otros 189 litros, a una velocidad de 140 rpm durante 45 minutos. Al cabo de este tiempo se separa el residuo de la semilla de la solución coloreada, por medio de una malla filtrante, para bombearla al tanque de precipitación.

Equipos: El tanque debe permitir la agitación sin que se derrame la solución, así que la mitad del tanque se ocupa con la solución y si se tiene altura igual

al diámetro, para un volumen total de 640 litros el valor mínimo del diámetro es de 2.0035 metros. La agitación se hace con un agitador de paletas planas que realiza un barrido amplio de la suspensión. Si se emplea una relación de largo/ancho de la paleta de 4 y una relación diámetro del tanque/largo de la paleta de 1.5, se calcula un largo de la paleta de 1.3357 metros y el ancho de la paleta de 0.3339 metros.

Precipitación del colorante con solución de H_2SO_4 : Las soluciones coloreadas resultantes de los procesos de remojo y agitación de la semilla se mezclan en el tanque de precipitación. Para precipitar el colorante, se requiere un pH entre 2 y 2.5. Para este proceso se requiere agregar 67.37 litros de solución al 10% P/V de concentración del ácido sulfúrico. Para precipitar el colorante se debe agregar lentamente el ácido sulfúrico, agitando constantemente para homogeneizar.

Tabla 6. Características básicas de los equipos, determinadas a partir de balances de materia y energía

Equipos	Cantidad	Características
Tanque para almacenar KOH al 2%	1	V = 10000 L; alto /diámetro = 2; Fibra de vidrio; espesor = 0.5"
Tanque para almacenar H_2SO_4 al 10	1	V = 2000 L.; alto/diámetro = 2; acero inoxidable; espesor = 0.5"
Tanque para remojar la semilla	1	V = 320 L.; alto / diámetro = 2; fibra de vidrio; espesor = 0.5"
Tanque de agitación con paleta	1	V = 650 L.; alto / diámetro = 1; hierro colado; espesor = 1"; largo paleta = 134 cm.; ancho paleta = 33 cm.; paleta de acero inoxidable; veloc. agitación 140 rpm
Tanque de precipitación	1	V = 1000 L.; altura / diámetro = 1; Acero inoxidable; diámetro = 2.26 mt.; espesor = 1"; largo paleta = 113 cm.; ancho paleta = 28 cm.; veloc. Agitación = 100 rpm
Bomba centrífuga para trasvasar la solución coloreada	1	Potencia, ½ H.P.; 115/230 volts; 3450 rpm
Filtro-prensa	1	Con 18 placas de 20 x 20 cm y 30 mm de espesor; tipo lona de 0.5 y 3 micras; presión de compresor 114 psi. Bomba neumática, 2 L/minuto
Secador	1	Secador con seis bandejas, cada una de un metro cuadrado de área, dispuestas una sobre otra con una separación de 15 cm entre ellas.
Molino de bolas	1	Motor de ½ H.P. Con 36 bolas de porcelana, de 1 pulgada de diámetro cada una.

Equipos: Se requiere un tanque de precipitación, con un volumen total de 914.7 litros, acoplado con una paleta de agitación de 113 cm. de largo y 28 cm. de ancho.

Filtración y secado: La mezcla resultante de la precipitación se separa con un filtro prensa y la torta obtenida se deja secar al aire o en una estufa a una temperatura máxima de 57° C.

Almacenamiento de soluciones: Para almacenar las soluciones de KOH al 2% P/V y de H₂SO₄ al 10% P/V, necesarias para el proceso durante una semana se necesitan dos tanques adicionales.

Equipos: El tanque de almacenamiento de la solución básica tiene una capacidad mínima de 9450

litros, mientras que para almacenar la solución ácida se necesita un tanque con un volumen mínimo de 1684 litros.

Las características básicas de los equipos necesarios para el proceso se especifican en la Tabla 6.

4.3 Diagramas de bloques (BFD) y de flujo (PFD)

En la Figura 5 se muestra el diagrama de bloques del proceso (BFD) de extracción de 10 kg por lote, según los parámetros seleccionados en el laboratorio, que se amplía en la Figura 6 en el diagrama de flujo (PFD) que identifica los equipos y corrientes del proceso.

Figura 5. Diagrama de bloques del proceso de extracción de 10 kg/lote

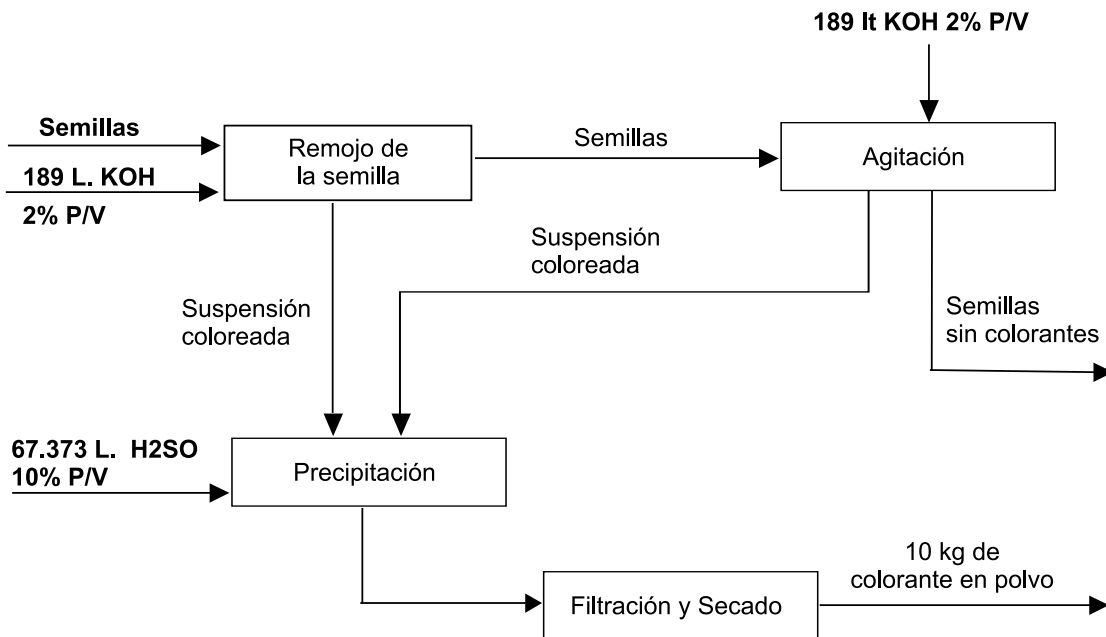


Figura 6. Nomenclatura de equipos y corrientes para el proceso de extracción del colorante del Achiote**NOMENCLATURA DE EQUIPOS****TK - 101**

Tanque de almacenamiento de KOH al 2% P/V

TK - 102

Tanque de almacenamiento de H₂SO₄, al 10% P/V

V - 101

Tanque de remojo de semillas con solvente

V - 102

Tanque de almacenamiento suspensión coloreada

NU - 101

Agitador de semillas con

NU - 102

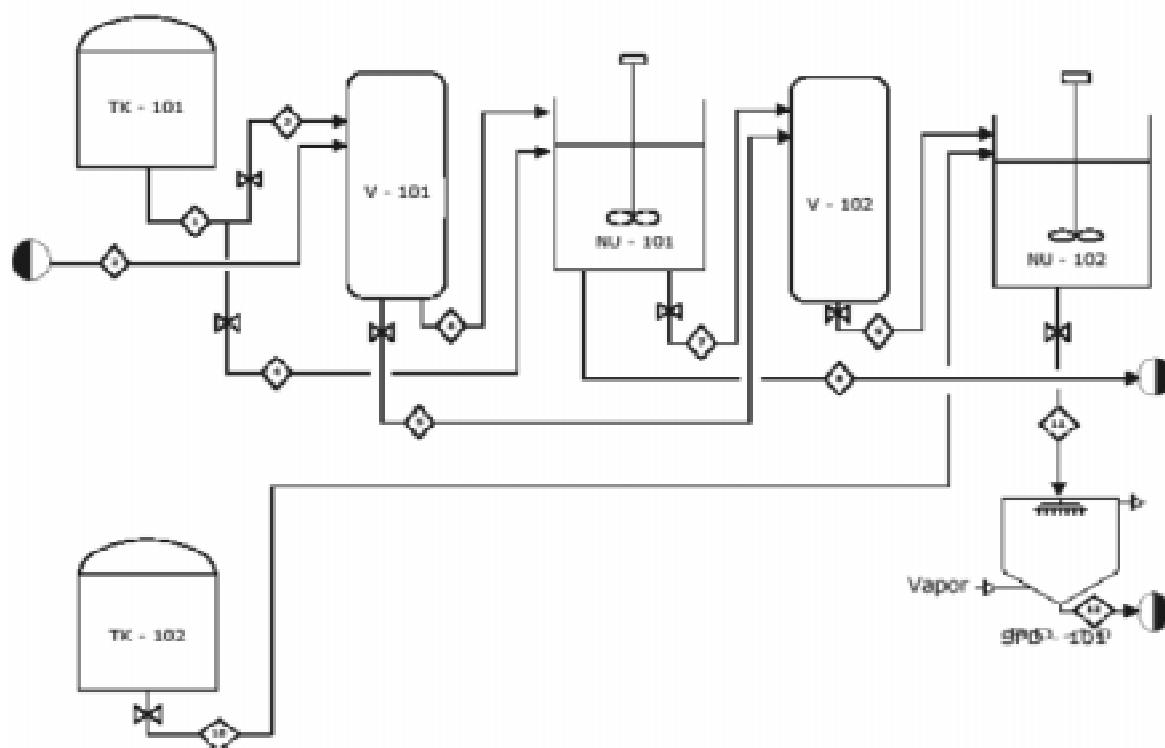
Neutralizador de pH

SP - 101

Secador por atomización

NOMENCLATURA DE CORRIENTES

- | | |
|---|--|
| 1 Solución de KOH al 2% P/V | 7 Suspensión coloreada de la agitación |
| 2 Semilla de Achiote | 8 Semillas sin colorante |
| 3 Solución de KOH al 2% P/V para el remojo | 9 Suspensión coloreada con pH básico |
| 4 Solución de KOH al 2% P/V para agitación con semillas | 10 Solución de H ₂ SO ₄ , al 10% P/V |
| 5 Suspensión coloreada del remojo | 11 Colorante en suspensión a pH ácido |
| 6 Semillas de Achiote para agitación | 12 Colorante de Achiote en polvo |



Conclusiones

La mayor eficiencia en el proceso, con un rendimiento cercano al 8%, se logra cuando se trabaja con una relación de cantidad de semilla a volumen de solvente de 1:3, una concentración del solvente de 2% de KOH y un tiempo de agitación, a 140 rpm, de 45 minutos.

Aunque es este caso, para la precipitación del colorante se emplea una solución de ácido sulfúrico al 10%, para alcanzar un pH de 2 a 2.5, es posible obtener el colorante a partir de la solución alcalina por secado por atomización.

El producto obtenido es un colorante en polvo, de color rojo encendido, soluble principalmente en grasas y aceites, con características muy similares a muestras del producto que se ofrece en el mercado internacional.

En los análisis de cromatografía en capa delgada, así como en los espectros infrarrojo y UV-VIS del producto obtenido, se identifica claramente la bixina, principal compuesto tintóreo por naturaleza.

Los equipos seleccionados para la planta piloto, para producir 50 Kg diarios, son de fácil construcción y sus costos se minimizaron, con el fin de hacer posible el montaje de una pequeña empresa para la producción del colorante del achiote.

6. Bibliografía

ABP (2001). Asociación Benéfica Prisma. Achiote. http://www.prisma.org.pe/samco/samco_achiote/descripcion.htm (13 de marzo de 2001)

Bernal, H. y Correa, J.E. *Bixa Orellana*. (1989). Especies promisorias de los países del convenio Andrés Bello. Tomo II. Santa Fé de Bogotá: Guadalupe Ltda.

CNP. (2001). Consejo Nacional de Producción. Desarrollo de Productos. Procesos Agroindustriales. Ficha Técnica de Información Nutricional de Achiote.

URL: <http://www.mercanet.cnp.go.cr/nutriachiote.htm> (13 de marzo de 2001)

Cordoba V., J. A.. (1987). "El Achiote : Cultivo, Beneficio y posibilidades de exportación". En : *Revista ESSO Agrícola*. Vol. 34. No. 1. pp. 3-7.

FDA (2001). Food and Drugs Administration. Summary of color additives listed for use United States in food, drugs, cosmetics and medical devices.

URL: <http://www.cfsan.fda.gov/~dms/opa-col2.html> (22 de agosto de 2001).

FDA (2001). Food and Drugs Administration. Color additives.

http://www.fda.gov/ora/inspect_ref/iom/APPENDICES/app9.html (22 de agosto de 2001)

FDA (2001). Food and Drugs Administration. Food additives. URL: <http://vm.cfsan.fda.gov/~mow/sfoodadd.html> (13 de marzo de 2001)

Giraldo G., G. M. y Londoño G., B. (1999). Teñido de Sustratos Textiles con el Colorante de la Semilla del Achiote. Trabajo de Grado (Ingeniero Textil). Medellín: Universidad Pontificia Bolivariana, Facultad de Ingeniería Textil.

Jaramillo Moreno, C. A. y Muñoz Moreno, O. A. (1992). Extracción de colorante de Achiote. Trabajo de Grado (Ingeniero Químico). Medellín: Universidad Nacional. Facultad Nacional de Minas. Departamento de Procesos Químicos.

Juárez Rojop, G. (2001). Proyecto agroindustrial de producción intensiva de achiote (*Bixa Orellana* L) en Tabasco.

URL: <http://www.ecologia.edu.mx/sigolfo/agroindu/htm> (26 de julio de 2001)

Kalsec (2001). Annatto.

URL: <http://www.kalsec.com/colannat.htm> (26 de marzo de 2001)

Mosquera P., J. et al. (1989). Factibilidad Técnica e Industrial de la Extracción de Colorante del Achiote. Trabajo de Grado (Ingeniero Químico). Medellín: Universidad de Antioquia. Facultad de Ingeniería.

Nair, M., et al. (2002). "Stabilized annatto-caramel of colorant for RTE cereal". Estados Unidos: Patente 6,391,372 (21 de mayo de 2002).

Nichols, R. and Weisman, M. J.(2003). "Smear-resistant cosmetic". Estados Unidos: Patente 6,509,009 (21 de enero de 2003)

Perry, R. H. et al. (1992). Manual del ingeniero químico. 6 ed. México: Mc Graw –Hill.

Sahaza Cardona, D. P. (2001). El Achiote.

URL: <http://www.unalmed.edu.co/~crsequed/ACHIOTE.htm> (14 de marzo de 2001)

Saldarriaga, L. (2001). Diseño de un proceso de extracción del colorante natural a partir de la semilla del Achiote (*Bixa orellana*). Trabajo de Grado (Ingeniero de Procesos). Medellín: Universidad EAFIT.

Schmidt, T. R. (1985) . "Acid Soluble Annatto Colorant in a powdered form". Estados Unidos: Patente 4,548,822. (Oct 22, 1985)

Schultz, W. G. (1980). "Method of removing pigment from annatto seed". Estados Unidos: Patente 4,204,043. (May 20, 1980)

SDIC. (2001). Secretaría de Desarrollo Industrial y Comercial. Achiote (*Bixa Orellana*). URL:<http://oaxaca.gob.mx/sedic/agronegocios/spanish/achiote.htm> (13/03/2001)

Seminario de agronomía (1990). El achiote (*Bixa orellana* L). Memorias del Seminario de Agronomía. Medellín : Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Agronomía.

Seminario de agronomía. (1975). Cultivo y Aprovechamiento del achiote. Memorias del Seminario de Agronomía. Medellín: Universidad Nacional de Colombia. Facultad de Agronomía.

Turton, R. et al. (1998). Analysis, Synthesis, and Design of Chemical Processes. Upper Saddle River, NJ: Prentice - Hall

Thomas, R. L. et al. 1998. "Extraction of pigment from plant material". Estados Unidos: Patente 5,830,738. (Nov 3, 1998)