

EFECTO DE LOS PARÁMETROS EN LA EXTRACCIÓN ALCALINA DE COLORANTE DE BIJA. PARTE II

Yisser García*¹, Margarita Núñez de Villavicencio¹, José L. Rodríguez¹, Idania Borrego¹ y Luis Cruz²

¹Instituto de Investigaciones para la Industria Alimentaria, Carretera al Guatao, km 3½, La Habana, Cuba, C.P. 19200

²Facultad de Ingeniería Química, Instituto Superior Politécnico "José Antonio Echeverría", La Habana, Cuba, C.P. 19390

E-mail: yisser@iiaa.edu.cu

RESUMEN

Se investigó la influencia de la temperatura (65; 70 y 75 °C) y la concentración de hidróxido de sodio (0,25; 0,5 y 0,75 N) en la extracción de colorante de bija. Durante los experimentos se mantuvo la agitación en 100 min⁻¹ y la relación disolvente:semillas de 5:1. La mayor extracción de pigmentos se alcanzó a la temperatura de 75 °C y una concentración de hidróxido de sodio de 0,5 N.

Palabras clave: colorantes naturales, bija, extracción.

ABSTRACT

Effect of parameters on alkaline extraction of annatto colorant. Part II.

The effect of temperature (65; 70 and 75°C) and sodium hydroxide concentration (0.25; 0.5 and 0.75 N) on annatto extraction were investigated. The experiments were carried out with an agitation level of 100 rpm and a solvent to seed ratio of 5:1. The greatest extraction of pigments was obtained at 75°C and a sodium hydroxide concentration of 0.5 N.

Key words: natural colors, annatto, extraction.

INTRODUCCIÓN

El colorante de bija se obtiene a partir de las semillas de la planta *Bixa orellana* L. Presenta una coloración que varía desde el amarillo brillante hasta el rojo intenso. Sus propiedades tintóreas se atribuyen a sus constituyentes carotenoides, de los cuales la bixina constituye de 70 a 80 % de la masa de pigmentos totales (1). Para obtener el colorante se utilizan sistemas de extracción sólido-líquido.

La velocidad de extracción está afectada por variables tales como la temperatura, la concentración del disolvente, la relación soluto:disolvente, la agitación, la porosidad y distribución de los poros (2,3). Es importante el estudio de estas variables a la hora de seleccionar las mejores condiciones para realizar la extracción. Algunas de estas variables como la porosidad y distribución de los poros, son características intrínsecas de la materia prima y no es posible actuar sobre ellas.

***Yisser García Vigoa:** Ingeniera Química (ISPJAE, 1996), Investigador Agregado, Máster en Ingeniería de Alimentos, (ISPJAE, 2004). Actualmente trabaja en el Departamento de Confitería y Repostería. Sus principales líneas de trabajo son el desarrollo de nuevos productos, tecnologías de transformación de cacao y elaboración de chocolate. Es profesora adjunta de la Escuela Latinoamericana y del Caribe de Chocolatería, Pastelería y Confitería.

En un estudio precedente (4) se investigó la influencia de la temperatura (50 y 60 °C), la relación disolvente:semillas v/m (3:1 y 5:1), la agitación (100 y 300 min⁻¹) y la concentración de hidróxido de sodio (0,5 y 1,0 N). La extracción se favoreció con el aumento de la temperatura y la disminución de la concentración de sosa. La agitación y la relación disolvente:semillas no tuvieron incidencia en la cantidad de pigmentos extraída.

A partir de los resultados obtenidos y de su análisis se establecieron las condiciones de operación para una segunda etapa de la investigación: temperaturas superiores a 60 °C, concentraciones de hidróxido de sodio alrededor de 0,5 N, mantener la agitación en 100 min⁻¹ y la relación disolvente:semillas de 5:1 para facilitar el trabajo experimental.

El objetivo del presente trabajo fue profundizar en el estudio a escala de laboratorio de la influencia de los parámetros temperatura y concentración de hidróxido de sodio en la extracción del colorante de bija.

MATERIALES Y MÉTODOS

La investigación se realizó con semillas de bija parcialmente secas, con un contenido de humedad de 12,44 %.

Para el estudio de los parámetros de extracción se realizó un diseño experimental factorial 3². Se ensayaron tres niveles para cada variable en estudio: temperatura (65; 70 y 75 °C) y concentración de hidróxido de sodio (0,25; 0,5 y 0,75 N).

El sistema de extracción empleado consistió en un matraz 250 mL de capacidad. Se introdujo un agitador de acero inoxidable acoplado a un motor. El matraz se sumergió en un baño termostático de agua para garantizar que la extracción se llevara a cabo a una temperatura constante. A su vez, se instaló un sistema similar, que operó de forma paralela al anterior, con el fin de minimizar las afectaciones como resultado de las extracciones sucesivas de muestras, de forma tal que el volumen extraído se repusiera inmediatamente a partir del sistema auxiliar. Durante 60 min se tomaron muestras de 1 mL de licor en diferentes instantes. El tiempo total se estableció a partir de estudios precedentes (5).

A las muestras se le realizaron las diluciones necesarias para la lectura espectrofotométrica, con solución de hidróxido de sodio 0,1 N. Las mediciones se efectuaron con un espectrofotómetro JENWAY 6405 UV/Visible, en la zona correspondiente al espectro visible, a la longitud de onda de 453 nm, donde ocurre el máximo de absorción (6-8). Se utilizó como blanco una solución de hidróxido de sodio 0,1 N.

El cálculo de la concentración de pigmentos en el licor se realizó a partir de la siguiente ecuación que se obtiene de la Ley de *Bouguer-Lambert-Beer* (9):

$$C = \frac{A}{E_{1cm}^{1\%} * l * fd}$$

$E_{1cm}^{1\%}$: coeficiente de absorción, [g/100 mL]⁻¹*[cm]⁻¹; fd: factor de dilución.

donde C: concentración, g/100 mL de solución; A: absorbancia; l: longitud del paso óptico, cm.

El coeficiente de absorción utilizado fue 2 850 a 453 nm, correspondiente a soluciones de hidróxido de sodio 0,1 N (6-8).

Teniendo la concentración de pigmentos en el disolvente, expresada en g/100 mL de solución, se procedió al cálculo de la masa de pigmentos extraída tomando en consideración la relación disolvente:semillas utilizada en el experimento y se expresó en g/100 g de semillas.

Con la finalidad de determinar el comportamiento de la masa de pigmentos extraída, bajo la influencia de las variables consideradas en el diseño se procedió al ajuste de modelos estadísticos a diferentes instantes, que coincidieron con los de la toma de muestras durante el desarrollo de los experimentos. Para el diseño y procesamiento de los resultados se empleó el programa Design-Expert 5, Versión 5.0.7 (1997).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La Tabla 1 presenta los modelos estadísticos obtenidos para los diferentes instantes de tiempo. En la misma aparecen sólo los términos que resultaron significativos. Los valores del coeficiente de determinación (R²) indican que los modelos resultaron adecuados para

describir el comportamiento de la masa de pigmentos extraída en dependencia de la temperatura y la concentración del disolvente. De manera general los modelos obtenidos explican más de 75 % de la variación de la variable respuesta.

Las Figs. 1 y 2 ilustran este efecto, correspondiente a las superficies de respuesta de los modelos a 1 y 60 min, es decir; el inicio y final de la extracción. Este comportamiento pudiera explicarse teniendo en cuenta que la solubilidad de los pigmentos en el disolvente

Tabla 1. Modelos estadísticos ajustados para la masa de pigmentos extraída

Tiempo (min)	Ecuación del modelo en término de los factores codificados					
	Intercepto	A	B	A ²	B ²	R ²
1	1,27	0,047**	0,028*	-	-0,068**	0,76
3	1,48	0,051**	-	-	-0,057**	0,76
6	1,60	0,055**	-	-	-0,041*	0,77
9	1,61	0,066**	-	-	-	0,65
12	1,66	0,073**	-	-	-	0,66
15	1,69	0,086**	0,037*	-	-	0,72
20	1,76	0,12**	0,055**	-	-	0,80
25	1,86	0,14**	0,074**	-	-0,057*	0,91
30	1,95	0,16**	0,092**	-	-0,079**	0,93
45	2,15	0,16**	0,096**	-0,051*	-0,12**	0,94
60	2,23	0,11**	0,10**	-	-0,13**	0,92

A: Temperatura; B: Concentración de hidróxido de sodio

(*) 0,01 < p ≤ 0,05 (**) p ≤ 0,01

El análisis de varianza de la regresión para todos los modelos resultó significativo (p < 0,01). En el análisis de los residuos no se encontraron observaciones atípicas. Los residuos estandarizados siguen la distribución normal. Al igual que en la primera parte de la investigación (4), el término independiente del modelo se incrementó con el tiempo.

Se corroboró que la temperatura es la variable de mayor influencia en el proceso, siendo su efecto prácticamente el doble del ejercido por la concentración del disolvente. El signo positivo de los coeficientes indica que se alcanzan las mayores extracciones al nivel más alto de temperatura estudiado, es decir 75 °C. Además se aprecia en la generalidad de los modelos una dependencia lineal de la masa de pigmentos extraída con respecto a esta variable. Con respecto a la variable concentración del disolvente, el signo positivo es evidencia de que una mayor concentración pudiera conducir a una mayor extracción de pigmentos. No obstante en la mayoría de los modelos ajustados aparece un término cuadrático con signo contrario, por este motivo el efecto neto ejercido por esta variable, no siempre favorece la extracción de pigmentos al mayor nivel de concentración de hidróxido de sodio.

viene dada al ocurrir una reacción de hidrólisis alcalina, también denominada saponificación, donde la bixina, que es el pigmento mayoritario presente en las semilla y es un éster oleosoluble, se transforma en la sal del ácido dicarboxílico denominado norbixina, que es hidrosoluble.

La reacción de hidrólisis alcalina de los ésteres es de tipo bimolecular (10) y puede representarse esquemáticamente de la siguiente forma:



La velocidad de esta reacción, y por consiguiente la masa de pigmentos extraída, aumenta a medida que se incrementa la concentración de iones hidroxilo en la solución. Sin embargo, este aumento no se manifiesta en toda la región experimental, dado por la curvatura que presenta la superficie de respuesta con respecto a la variable concentración. A la concentración de 0,75 N, la masa de pigmentos extraída tiende a disminuir, lo cual se aprecia en las superficies correspondientes a 1 y 60 min. Es posible que a esta concentración de álcalis más elevada ocurran reacciones colaterales. Debe tenerse en cuenta que los pigmentos presentes en las semillas de bija pertenecen al grupo de los carotenoides,

los cuales debido a su elevado grado de insaturaciones son susceptibles a reacciones de oxidación e isomerización. Este resultado está en concordancia con el obtenido en la primera parte de la investigación (4) donde se evidenció que a la mayor concentración de hidróxido de sodio (1 N) no se favorecía la extracción de pigmentos.

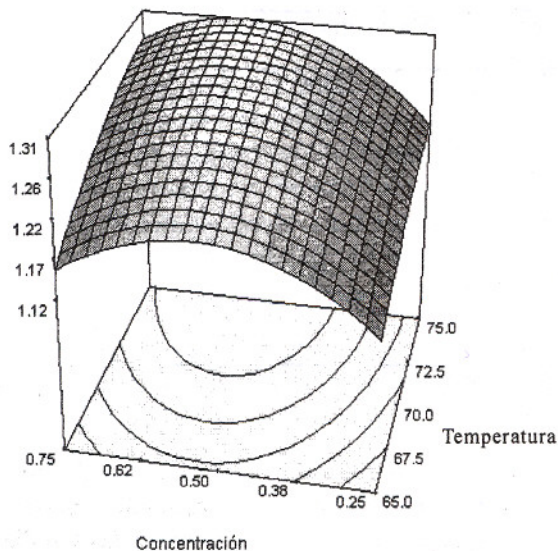


Fig. 1. Superficie de respuesta correspondiente a 1 min de extracción.

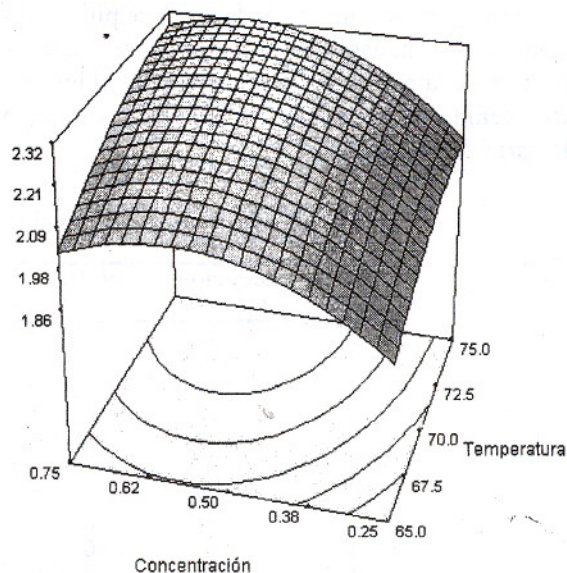


Fig. 2. Superficie de respuesta correspondiente a 60 min de extracción.

CONCLUSIONES

La temperatura y la concentración de la solución de hidróxido de sodio tuvieron influencia significativa sobre la extracción de colorante de bija durante todo el proceso. La mayor extracción de pigmentos se alcanzó a la temperatura de 75 °C y una concentración de hidróxido de sodio de 0,5 N.

REFERENCIAS

1. Carvalho, P.; Silva, M. y Moreira, C. *Coletânea do Instituto de Tecnología de Alimentos* 23 (2): 181-188, 1993.
2. Heldman, D. y Singh, R. *Food Process Engineering*. Avi Publishing Company Inc., Westport Connecticut, 1981.
3. Escobar, G. Un enfoque cinético a la extracción sólido-líquido. (Memoria para optar al título de Ingeniero Civil de Industrias, Pontificia Universidad Católica de Chile, Santiago de Chile) 1984.
4. García, Y.; Núñez de Villavicencio, M.; Rodríguez, J.; Borrego, I. y Cruz, L. *Cienc. Tecnol. Alim.* 18(3): 30-34, 2008.
5. García, Y. Estudio de la etapa de extracción alcalina en el proceso de obtención del colorante a partir de la bija (Bixa orellana L.) (Trabajo de Diploma, Instituto Superior Politécnico "José Antonio Echeverría", La Habana) 1996.
6. Reith, J. y Gielen, J. *J. Food Sci.* 36: 861-864, 1971.
7. Wood, A.; Baker, D.; Coppen, J. y Green, C. Bixinoid assay in annatto seed and its extracts: (I) an evaluation of methods and (II) recommendations for sample handing. (Simposio Internacional de urucum, I, Campinas, SP) 1991, p. 28.
8. Ortiz, M.; Padilla, J. y Alvarado, J. *Alimentos, Ciencia e Ingeniería* 3 (2): 139-152, 1994.
9. Alexéiev, V. *Análisis cuantitativo*. Ed. Mir, Moscú, 1976.
10. Morrison, R. y Boyd, R. *Química Orgánica*. ed. Revolucionaria, La Habana, 1987.