

**EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO Y EL RENDIMIENTO
DE SU EXTRACCIÓN POR MÉTODOS TRADICIONALES LIBRES DE
SOLVENTE**

**JENNY PATRICIA MORENO CRUZ
ERIKA ALEXANDRA RODRÍGUEZ ARCHILA**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

**EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO Y EL RENDIMIENTO
DE SU EXTRACCIÓN POR MÉTODOS TRADICIONALES LIBRES DE
SOLVENTE**

**JENNY PATRICIA MORENO CRUZ
ERIKA ALEXANDRA RODRÍGUEZ ARCHILA**

Trabajo de grado para optar el título de ingeniero químico

Director

GUSTAVO E. RAMÍREZ CABALLERO

Ingeniero Químico PhD

Co-Directora

BELKYS JOHANA POLO

Ingeniera Química

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICO-QUÍMICAS
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA
BUCARAMANGA**

2016

DEDICATORIA

Doy gracias primordialmente a Dios por darnos la inteligencia, sabiduría, paciencia y capacidad de culminar este proyecto.

A mis padres Hipólito Moreno y María Elida Cruz, a mi hermano Gabriel Moreno (QEPD), por todo su apoyo, comprensión y confianza.

A mi esposo Jorge Armando Calderón por ser la persona que apoyo, aconsejo y valoro cada esfuerzo de mi experiencia.

A mi compañera Erika Rodríguez por el compromiso y dedicación para sacar adelante cada etapa de este proyecto.

A los técnicos de laboratorio de Ingeniería Química Don Eduardo y Don Wilson, gracias por su ayuda y dirección en diferentes etapas.

A mis amigos Eli, Belén y Cindylu que guiaron y comprendieron en cada paso de este valioso proceso.

Gracias al Ingeniero Gustavo Ramírez por compartir su conocimiento y confianza.

Jenny Patricia Moreno Cruz

DEDICATORIA

A Dios por permitirnos estar en este momento presentando el resultado de nuestra experiencia investigativa, agradeciendo por cada prueba que nos dio la fortaleza de superar y llevar con éxito.

A mis padres Maribel Archila y Pedro Rodríguez por su confianza y por cada uno de sus esfuerzos, consejos, aprobaciones y contrariedades que con dedicación han hecho reflexionar y surgir mi caminar en cada importante experiencia.

A mis tres hermanos Mayra, Pedro y David, que espero continúen con sus proyectos de vida en búsqueda de mejorar como personas y profesionales.

A mi novio Wilmar Castelblanco quien en cada día de impaciencia y éxito de esta etapa ha estado con su consejo y felicitación.

A cada uno de mis familiares especialmente a mis abuelitos y amigos como Paulis que han contribuido con una importante sonrisa, consejo y apoyo en nuestro desempeño.

A mi compañera Patricia por los aprendizajes y dedicación.

Oportunos los agradecimiento a los técnicos del laboratorio de ingeniería química Don Eduardo y Don Wilson, por su disposición de servicio y colaboración.

Agradecimientos al Ingeniero Gustavo Ramírez por su confianza con nosotras para el desarrollo de la tesis.

Erika Alexandra Rodríguez Archila

CONTENIDO

	pág
INTRODUCCIÓN	16
1. OBJETIVOS	19
1.1 Objetivo General.....	19
1.2 Objetivos Específicos	19
2. MARCO TEÓRICO	20
2.1 LA INDUSTRIA ACEITERA.....	20
2.2 LA HIGUERILLA	20
2.3 ACEITE DE RICINO	21
2.4 PROCESOS DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE	21
2.4.1 El prensado hidráulico.....	21
2.4.2 La extracción por solvente	22
2.4.3 Procesos acuosos.....	22
3. REVISIÓN METODOLÓGICA	23
3.1 FASE I. ESTUDIOS PRELIMINARES	24
3.1.1 Recepción de semillas	24
3.1.2 Pruebas Preliminares	24
3.1.3 Diseño de Experimentos	25
3.1.4 Análisis Estadístico: ANOVA Y TUKEY.....	26

3.2	FASE II. EXTRACCIÓN DE ACEITE.....	27
3.2.1	Extracción Mecánica en Prensa.....	27
3.2.2	Extracción por Cocción en Medio Acuoso.....	27
3.2.3	Rendimiento de métodos de extracción.....	28
3.3	FASE III. CALIDAD DEL ACEITE EXTRAIDO	28
3.3.1	Comparación con Aceite Grado USP.....	29
4.	ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	29
4.1	FASE I. ESTUDIOS PRELIMINARES	29
4.1.1	Selección del tiempo de extracción.....	29
4.1.2	Diseño factorial.....	30
4.1.3	Influencia de los factores en las variables respuesta	31
4.1.4	Análisis estadístico.....	33
4.1.5	Selección de la semilla para extracción	34
4.1.6	Condiciones de extracción para el método de prensado.....	35
4.2	FASE II. RENDIMIENTO EXTRACCIÓN DE ACEITE DE MÉTODOS LIBRES DE SOLVENTE	35
4.3	FASE III. CALIDAD.....	36
4.3.1	Índice de Acidez.....	37
4.3.2	Porcentaje de Ácidos Grasos.....	39
4.3.3	Índice de Hidroxilo.....	40

4.3.4 Índice de Saponificación.....	41
4.3.5 Densidad	42
4.3.6 Viscosidad	42
4.3.7 Humedad y Sustancias Volátiles	44
4.3.8 Índice de Refracción.....	45
4.3.9 Grados Brix	45
4.3.10 Punto de Inflamación.....	46
CONCLUSIONES	48
BIBLIOGRAFÍA	57
ANEXOS	64

LISTA DE TABLAS

	pág.
Tabla 1. Combinación de los tratamientos en el diseño factorial 2^2	25
Tabla 2. Condiciones seleccionadas diseño factorial.	30
Tabla 3. Registro de resultados Pruebas de Caracterización Fisicoquímicas.	38

LISTA DE FIGURAS.

	pág.
Figura 1. a). Estructura molecular de un triglicérido b). Estructura molecular del ácido ricinoléico.	21
Figura 2. Diagrama de bloques metodología de la Investigación.....	23
Figura 3. Tiempo de extracción en prensa hidráulica en función de la cantidad de aceite obtenido.....	29
Figura 4 . Índice de acidez de aceites extraídos Vs temperatura de operación de la prensa hidráulica eléctrica.	31
Figura 5. Cantidad de aceite extraído Vs temperatura de operación de la prensa hidráulica eléctrica.	31
Figura 6 . Efectos principales de los factores condiciones de extracción y tipo de semilla sobre el rendimiento de extracción de aceite de ricino.	32
Figura 7. Efectos principales de los factores condiciones de extracción y tipo de semilla sobre el índice de acidez de aceite de ricino.	33
Figura 8. Rendimiento de métodos de extracción libre de solvente.	36
Figura 9. Índice de acidez de aceites extraídos y de aceite grado USP	39
Figura 10. Porcentaje de ácidos grasos de aceites extraídos VS aceite grado USP.	40
Figura 11. Índice de hidroxilo de aceites extraídos VS aceite grado USP	41
Figura 12. Índice de saponificación de aceites extraídos VS aceite grado USP. ...	42
Figura 13. Densidad relativa a 25°C de aceites extraídos VS aceite grado USP..	43
Figura 14. Viscosidad de aceites extraídos VS aceite grado USP	43
Figura 15. Humedad y sustancias volátiles de aceites extraídos VS aceite grado USP.	44
Figura 16. Índice de refracción de aceites extraídos VS aceite grado USP.	45
Figura 17. Grados Brix de aceites extraídos VS aceite grado USP.	46
Figura 18. Punto de inflamación de aceites extraídos VS aceite grado USP.	47

LISTA DE ANEXOS

	pág.
Anexo A. Resultados pruebas preliminares.	64
Anexo B. Diseño factorial completo 2 ²	65
Anexo C. Descripción del proceso de extracción por prensado.....	67
Anexo D. Descripción del proceso de extracción por cocción en medio acuoso...68	68
Anexo E. Requisitos fisicoquímicos para aceite de castor puro grado USP.	70
Anexo F. Determinación de parámetros de calidad y condiciones especiales.	71
Anexo G. Resultados diseño Factorial análisis de varianza de 2 factores.....	73
Anexo H. Resultados análisis de varianza ANOVA de un solo factor.	74
Anexo I. Resultados comparaciones procedimiento de Tukey para el factor TS y variable respuesta R/ variable respuesta IA.	75
Anexo J. Agrupación de datos por el método Tukey para selección del tipo de semilla.....	77
Anexo K. Resultados rendimiento de los métodos de extracción.	78
Anexo L. Registro fotográfico.....	79

RESUMEN

TÍTULO: EVALUACIÓN DE LA CALIDAD DEL ACEITE DE RICINO Y EL RENDIMIENTO DE SU EXTRACCIÓN POR MÉTODOS TRADICIONALES LIBRES DE SOLVENTE.¹

AUTOR: JENNY PATRICIA MORENO CRUZ, ERIKA ALEXANDRA RODRIGUEZ ARCHILA.²

PALABRAS CLAVE: Higuerilla, aceite de ricino, aceite de castor, extracción, rendimiento, calidad.

DESCRIPCIÓN:

El aceite de ricino que se extrae de las semillas de higuerilla, tiene múltiples aplicaciones en la industria mecánica, aérea, química, farmacéutica y cosmética. El aceite es extraído por métodos de prensado, cocción en medio acuoso y por solvente, los dos primeros considerados métodos libres de solvente en los cuales se basó el estudio. Se evaluó el rendimiento y calidad de los aceites extraídos por cada uno de estos métodos. El prensado se realizó en prensa hidráulica eléctrica, inicialmente se identificaron tiempo de extracción y condiciones de operación (temperaturas y presiones), en las que se obtuvo mayor cantidad de aceite extraído y menor índice de acidez. Se aplicó diseño de experimentos 2², con factores temperatura y presión a diferentes tipos de semillas, encontrando que el tipo de semilla influye en las variables respuesta cantidad de aceite y menor índice de acidez. Se seleccionaron la semilla variedad blanca como la mejor materia prima y las condiciones de temperatura de 80°C y presión de 60 kg/cm². La extracción en medio acuoso se realizó bajo el método tradicional con la misma materia prima, esto para ser comparados los métodos en rendimiento del proceso y fisicoquímicamente con la norma ICONTEC NTC 1529. Se concluyó que aunque los aceites extraídos son crudos y no refinados como en la norma de comparación son de buena calidad en la mayoría de las propiedades. La mejor calidad la obtuvo el aceite de extracción mecánica en prensa y mayor rendimiento de 36,18%.

¹ Trabajo de grado.

² Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de ingeniería química. Director: Gustavo E. Ramírez Caballero, ingeniero químico PhD. Codirectora: Belkys Johana Polo, ingeniera química.

ABSTRACT

TITLE: CASTOR OIL'S QUALITY TEST AND PERFORMANCE OF ITS EXTRACTS BY TRADITIONAL METHODS FREE OF SOLVENT

AUTHOR: JENNY PATRICIA MORENO CRUZ, ERIKA ALEXANDRA RODRIGUEZ ARCHILA.²

KEYWORDS: Higuierilla, castor oil, castor oil plant, extraction, performance, quality.

DESCRIPTION: The Castor oil that is extracted of the higuierilla's seeds has multiples applications in the mechanical industry, aerial, chemistry, pharmacist and cosmetics. The oil is extracted by methods of pressing, cooking in aqueous way and for solvent, the first two considered solvent-free methods in which the study was based. The performance and quality of the oils extracted by each of these methods were evaluated. The pressing in electric hydraulic press, Initially identified extraction time and operating conditions (temperatures and pressures), which has won greater quantity of oil extracted and lower rate of acidity. Applied design of experiments 2², with factors of the temperature and pressure to different types of seeds, finding that the type of seed influences the response variable amount of oil and lower rate of acidity. The white variety as the best raw variety as the best raw seed and the temperature of 80°C and pressure of 60 kg/cm² conditions were selected. The extraction in aqueous way was made by the traditional method with the same raw material, this is to be compared in performance and physic-chemically with the norm ICONTEC NTC 1529. In conclusion, that although the extracted oils are raw and unrefined as the standard of comparison are of good quality in the majority of the properties. The best quality was get by the mechanic pressing extraction and greater performance of 36,18%.

¹ Bachelor Thesis

² Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de ingeniería química. Director: Gustavo E. Ramírez Caballero, ingeniero químico PhD. Codirectora: Belkys Johana Polo, ingeniera química.

INTRODUCCIÓN

En Colombia la industria de los aceites y grasas abarca desde la producción de la materia prima agropecuaria hasta la obtención de los aceites refinados y grasas. Las fuentes agropecuarias tradicionales para la producción de aceites y grasas son: material vegetal oleaginoso y material animal. Trece cultivos principales componen la canasta de oleaginosas: ajonjolí, algodón, coco, colza, girasol, linaza, maíz, maní, oliva, palma de aceite, ricino y soya [1].

La producción de aceites y grasas ha llegado a un punto en donde las condiciones aptas para cultivo de oleaginosas comunes como la palma son escasas, abriendo espacios para cultivos en desarrollo, con características de resistencia y adaptabilidad a diferentes ambientes como lo es la higuera. Buscando motivar proyectos que favorezcan el agro nacional, con cultivos marginados históricamente por experiencia limitada sobre el cultivo y su bajo nivel de desarrollo tecnológico [2], se presenta la higuera como una alternativa económica para la producción de aceites vegetales de uso industrial [3].

En Colombia esta planta tropical productora de aceite, actualmente es desconocida en alto porcentaje del territorio nacional [4] y por ende su gran potencial como oportunidad agroindustrial. Recientemente se incrementó el interés para el aprovechamiento de la higuera como planta ornamental y cultivo industrial, su aceite de ricino es utilizado en la fabricación de lubricantes, plásticos, jabones, líquidos hidráulicos, pinturas, barnices, cosméticos y recientemente se promueve para la producción de biodiesel. La higuera muestra rusticidad, reducida competencia con cultivos alimenticios y adaptación en tierras marginales. Estos atributos incrementan sus posibilidades como cultivo alternativo en el abastecimiento de aceite para la industria aceitera [5]. El alto contenido de ácido ricinoléico del 80 – 90% es la razón para el valor versátil del aceite de ricino

(higuerilla) en la tecnología, ya que la presencia de grupos hidroxilo y dobles enlaces hace que el aceite sea adecuado para muchas modificaciones y reacciones químicas, En comparación con otros aceites vegetales [6].

A partir de 2006 se ha impulsado e incrementado el rendimiento y utilidad del cultivo de higuerilla, con potencial para ser usado en la producción de aceites de alto valor y para la fabricación de biocombustibles líquidos [5]. Para el 2011 Colombia es un importador neto de aceite de ricino, dejando de lado los beneficios que representaría transformar esta materia prima en productos de mayor valor agregado. Tras el propósito de implementar y conocer sus potencialidades, se han realizado estudios desde su cultivo a diferente escala como la variación de tipos de semillas utilizando híbridos y semillas modificadas [7], aplicación de aditivos (abonos, fertilizantes) con el fin de aumentar su rendimiento y calidad, variación de lugares de siembra, manteniendo condiciones extremas [8], modificación de las propiedades de la semilla para implementarla en diferentes sectores de la industria [9]; hasta las posibles aplicaciones del aceite no solo para la industria oleoquímica sino también para promover la producción y uso de biocombustible [6,10,11,12] estudios que ratifican su alto potencial para el progreso social, económico y ambiental.

El conocimiento del cultivo de higuerilla y de las técnicas de su extracción es incipiente, las alternativas más comunes para extraer el aceite de ricino, son por prensado sometiendo las semillas a presión, las gotas del aceite y los granos de grasa se separan de la masa [13] y por solvente mediante lavados en contracorriente con hexano generalmente, sin embargo aún existe un método tradicional de extracción denominado por cocción en medio acuoso que involucra mezclado, molienda y descascarado de semillas oleaginosas en agua caliente y la separación del aceite en la superficie [14]. Actualmente se usan métodos combinados para la extracción del aceite de ricino, el prensado con expulsor o prensa de tornillo (expeller) a alta presión continua, seguido de una extracción por solventes; En grandes volúmenes de semillas, la torta remanente del prensado queda con un 7 a 10% de aceite, lo cual hace indispensable su extracción mediante

algún solvente [12,15]. La extracción por solvente puede alterar los resultados en las propiedades del aceite obtenido y por tanto su calidad [16], implican el uso de etapas de refinamiento adicionales para cumplir los estándares de calidad según entidades reguladoras. Por los métodos de prensado y cocción en medio acuoso el aceite es obtenido sin necesidad de solventes ni catalizadores, haciendo uso de la presión y la temperatura. Estos métodos libres de solventes fueron interés en la investigación, buscando evaluar la calidad y rendimiento de extracción del aceite sin presencia de químicos y procesos de refinación.

La calidad de productos obtenidos en la industria se basa principalmente en la materia prima e insumos usados para su procesamiento [10], la calidad de los aceites y grasas vegetales en Colombia está regulada por ICONTEC, en el caso específico de aceite de higuera grado USP para fines de la industria de cosméticos, es regulado por la norma NTC 1529 [17], que especifica las características fisicoquímicas de comparación para aprobación de uso industrial.

El objetivo principal del presente trabajo fue evaluar la influencia de los métodos tradicionales de extracción libres de solventes antes mencionados: prensado y cocción en medio acuoso del aceite de ricino (higuera) en la calidad y el rendimiento de su extracción. Para implementar el método de extracción en prensa se determinó el tiempo de extracción, las condiciones de operación (presión y temperatura) y el tipo de semilla con mejores respuestas en cuanto mayor rendimiento y menor índice de acidez. El método tradicional por cocción se realizó bajo condiciones acostumbradas con el mismo tipo de semilla seleccionada para prensado; ya definidos sus respectivos montajes, equipos y condiciones de operación, se calculó el rendimiento de extracción y se evaluaron propiedades fisicoquímicas (calidad) caracterizando los productos y comparando con las especificaciones de la norma colombiana ICONTEC NTC 1529. Encontrándose que los rendimientos entre los dos aceites evaluados varían en 1.13% siendo mayor el rendimiento de extracción por prensado al igual que su calidad.

1. OBJETIVOS

1.1 Objetivo General

- Evaluar la influencia de los métodos tradicionales libres de solvente en la calidad y el rendimiento de extracción del aceite de ricino obtenido.

1.2 Objetivos Específicos

- Determinar el tiempo de extracción, las condiciones de operación (presión y temperatura) y el tipo de semilla adecuadas para el método mecánico de prensado.
- Aplicar métodos de extracción libres de solvente tanto mecánico y por cocción en medio acuoso, obteniendo aceite de ricino para posterior caracterización.
- Evaluar el rendimiento y la calidad de los aceites extraídos, caracterizando el producto y comparando con las especificaciones de la norma colombiana ICONTEC NTC 1529.

2. MARCO TEÓRICO

2.1 LA INDUSTRIA ACEITERA

Los aceites de semillas constituyen el 70 % de la producción mundial de aceites, siendo el 30 % de esta producción aceite de soja. Las principales fuentes vegetales de aceite son las semillas y los frutos oleaginosos. La diferente composición y estructura de ambas condiciona el procesado al que se someten con el fin de extraer el aceite. [14]

Las empresas colombianas dedicadas al procesamiento de aceites pueden clasificarse en dos tipos: plantas extractoras y fábricas de aceites y grasas. En Colombia el eslabón primario de la cadena depende básicamente del cultivo de palma, de cuyo fruto se extrae el aceite. [16]

El mayor productor mundial de higuera es India donde se obtiene anualmente 0.59 millones de toneladas de semilla y 0.40 millones de pastas residuales derivadas de la extracción del aceite [17]. El porcentaje de la superficie sembrada en India representa el 72% y es seguido por China (12%) y Brasil (7%) [19]. La producción actual de higuera es reducida, Colombia es un país que tiene una baja participación en el mercado Internacional de su aceite los principales cultivos se encuentran en Cundinamarca, Bogotá y Antioquía [4].

2.2 LA HIGUERA

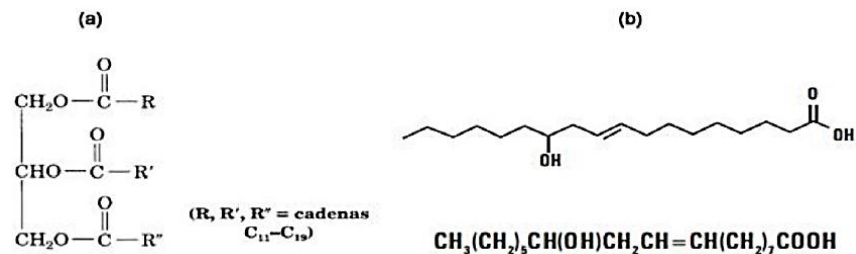
La higuera (*Ricinus communis* L.) pertenece a la familia de las Euforbiáceas, la misma de la yuca, es una planta posiblemente originaria de India o de África que se encuentra distribuida en diversos países del mundo, es una planta de elevada plasticidad fenotípica, teniendo una gran variabilidad que se puede explorar para el incremento de la productividad y calidad del aceite de ricino; siendo este su principal

producto [18]. También se usan las hojas como forraje y los residuos de la prensa como abono [19].

2.3 ACEITE DE RICINO

El aceite de ricino está compuesto por triglicéridos, que son moléculas químicas de glicerol con cada uno de los tres grupos hidroxilos esterificados con un ácido graso de cadena larga (Figura 1a). Su principal componente es el ácido ricinoléico (figura 1b), el cual se encuentra formando el triglicérido simple denominado triricinoleína. [15]

Figura 1. a). Estructura molecular de un triglicérido b). Estructura molecular del ácido ricinoléico. [15]



2.4 PROCESOS DE EXTRACCIÓN DEL ACEITE

Históricamente, los tres procesos más comunes para recuperar el aceite a partir de semillas oleaginosas son el prensado hidráulico, el prensado expeller y la extracción con solventes. Además la existencia de procesos de extracción en medio acuoso [14].

2.4.1 El prensado hidráulico

Es el proceso más antiguo y el más usado en la extracción de aceites vegetales a partir de semillas. “Estas deben ser colocadas dentro de un saco de tela filtrante

para retener la mayor cantidad posible de residuo. El prensado de semillas de higuera produce mayor cantidad de estas impurezas, por tratarse de semilla blanda. La carga de la prensa debe ser rápida, para evitar que las semillas se enfríen y que se pierda el efecto deseado. La semilla es prensada en frío o en caliente, en una prensa del tipo hidráulico o de tornillo. Al ser sometida a presión, las gotas del aceite y los granos de grasa se separan de la masa [13].

2.4.2 La extracción por solvente

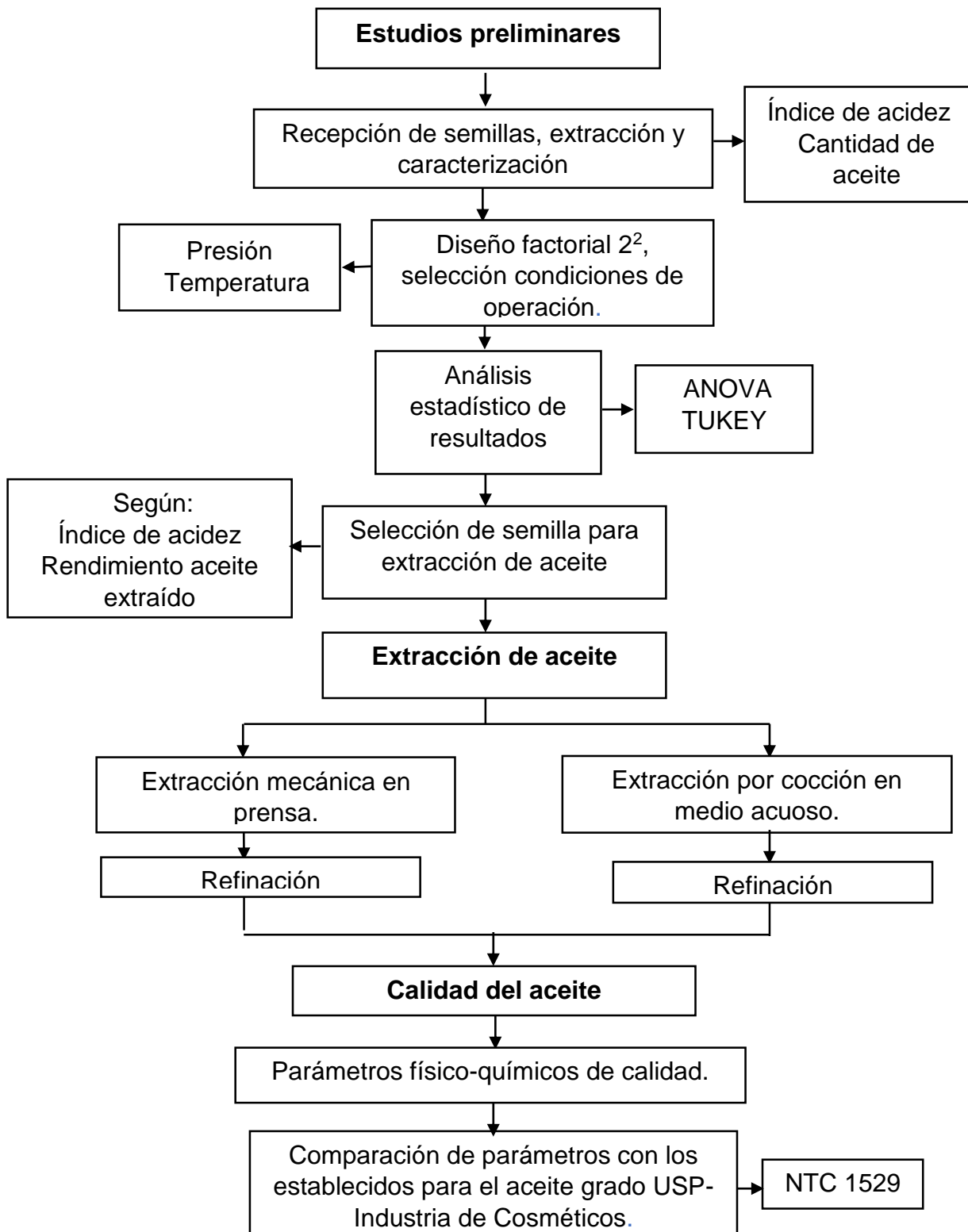
Los procesos basados en extracción por solvente consisten, usualmente, en extracciones sucesivas del material oleaginoso previamente quebrado, laminado, molido o prensado, mediante lavados en contracorriente con hexano. Luego, la harina desengrasada es llevada a un tostador-desolventizador para recuperar el solvente. El hexano es removido del aceite en evaporadores de película y finalmente destilado a vacío. El aceite crudo obtenido a partir de extracción por solventes contiene cantidades variables y relativamente reducidas de impurezas que no son glicéridos [14].

2.4.3 Procesos acuosos

AEP utiliza el mismo principio que la flotación en agua caliente. El método de flotación en agua caliente para extraer aceites comestibles a partir de oleaginosas es un método tradicional usado en áreas rurales de muchos países en desarrollo. El proceso es acompañado de cinco pasos principales: 1) acondicionamiento con calor de las semillas, 2) molienda, 3) extracción por ebullición, 4) recuperación de aceite y 5) secado. Tradicionalmente, la molienda es llevada a cabo por aplastamiento en molinos. Las semillas molidas son calentadas en agua para liberar el aceite, el cual flota sobre la superficie. El aceite es cuidadosamente removido de la superficie del agua y secado para remover humedad residual [14].

3. REVISIÓN METODOLÓGICA

Figura 2. Diagrama de bloques metodología de la Investigación.



3.1 FASE I. ESTUDIOS PRELIMINARES

Con el fin de garantizar en el proceso de extracción mecánica las mejores condiciones de operación y selección de las materias a procesar, se realizaron los estudios preliminares descritos a continuación.

3.1.1 Recepción de semillas

Las semillas de higuera fueron previamente acondicionadas, pasando por procesos de descascarado y limpieza, retirando la corteza y obteniendo la carnosidad de las semillas; además venteadas para lograr un fruto más seco (procedimiento desarrollado para cada una de las semillas).

3.1.2 Pruebas Preliminares

En esta etapa el objetivo fue realizar diferentes extracciones en la prensa hidráulica eléctrica variando las condiciones de extracción en cuanto a temperatura y presión, haciendo uso de la semilla con mayor cantidad disponible en ese momento y de tamaño promedio entre las semillas recolectadas. Se utilizaron diferentes temperaturas de 25, 40, 50, 60, 70 y 80 [°C] y presiones de 50, 60 y 70 [kg/cm²], (Resultados de las pruebas preliminares ver Anexo A). Con lo anterior se identificaron dos temperaturas y dos presiones que cumplían con la obtención de menor índice de acidez y mayor cantidad de aceite extraído.

Se utilizaron semillas silvestres de Sogamoso, recolectadas a una altura aproximada de 2569 msnm, iniciando con un previo calentamiento en horno eléctrico a temperatura semejante a las condiciones de cada extracción, se procedió a las extracciones por medio de la prensa hidráulica eléctrica marca Berstorff, desarrolladas combinando cada una de las condiciones antes mencionadas; con un

tiempo de extracción para cada una de las réplicas de 8 minutos, tiempo que se registró como el mejor tiempo para obtener la mayor cantidad de aceite después de una serie de pruebas en las que se varió el tiempo de exposición en la prensa y se analizó la cantidad de aceite obtenido. Por tanto las variables de extracción en la prensa hidráulica eléctrica fueron temperatura y presión.

Las variables medidas y determinadas del aceite extraído fueron cantidad de aceite e índice de acidez, tenidas en cuenta para el planteamiento y análisis del diseño de experimentos.

3.1.3 Diseño de Experimentos

Después de la selección de los valores de temperatura y presión con mayor significancia en las respuestas de IA (índice de acidez) y CA (cantidad de aceite) en la extracción de las pruebas preliminares, se planteó un diseño de experimentos 2²: como factores se tomaron temperatura y presión y para cada factor dos niveles seleccionados (nivel bajo y alto); De esta manera se trabajaron temperaturas de 60°C y 80 °C, y presión 50 [kg/cm²] y 60 [kg/cm²], como se observa en la tabla 1.” (Resultados completos del diseño de experimentos Ver Anexo B).

Tabla 1. Combinación de los tratamientos en el diseño factorial 2²

Factor		Combinación de los tratamientos
T [°C]	P[kg/cm ²]	
60	50	T bajo, P bajo
80	50	T alto, P bajo
60	60	T bajo, P alto
80	60	T alto, P alto

El diseño factorial fue aplicado a diferentes tipos de semillas, las semillas utilizadas fueron reunidas de cinco zonas diferentes del país, de esta manera se trabajaron semillas de Curití (Santander) altura aproximada de 1406 msnm, Oiba (Santander) altura aproximada de 1420 msnm y variedad Blanca de La Mesa de los Santos

(Santander) altura aproximada de 2000 msnm, además semillas de Sogamoso (Boyacá) altura aproximada de 2569 msnm y semilla variedad VCR comercializada por Higueroil de Colombia con capacidad de siembra a alturas aproximadas de 1500 msnm.

Reunidas las semillas se realizaron las extracciones correspondientes para cada condición de temperatura y presión, realizando también una réplica para cada condición; después de obtenidas las 40 muestras, se procedió a su caracterización, la cual consistió en calcular de cada aceite su índice de acidez y rendimiento de extracción.

3.1.4 Análisis Estadístico: ANOVA Y TUKEY

Los resultados de la aplicación del diseño de experimentos en las 40 muestras fueron estudiados por medio de análisis estadísticos, en primer lugar análisis de varianza empleando Microsoft Excel, se realizó un ANOVA de “dos factores con una sola muestra por grupo”: esta se realizó tomando como factores individuales el tipo de semilla (TS) y las condiciones de operación (temperatura y presión, TP), analizando que incidencia tendrían cada uno de estos en las variables respuesta; el rendimiento (R), y el índice de acidez (IA). El nivel de confianza (alfa) utilizado fue de 0,05, además de las hipótesis planteadas: hipótesis nula (H_0) donde no existen diferencias estadísticas significativas para los índices de acidez/rendimiento según el factor de análisis con un 95% de confiabilidad y la hipótesis alternativa (H_a) en la cual existen diferencias estadísticas significativas para los índices de acidez/rendimiento según el factor de análisis con un 95% de confiabilidad, para cada caso.

Los resultados obtenidos en el primer análisis estadístico necesitaron un análisis ANOVA adicional sobre el factor TS al ser aceptada la hipótesis alternativa para dicho factor; aplicando el análisis de Varianza “de un solo factor con una muestra por grupo”, sus resultados fueron utilizados para el desarrollo de la prueba

estadística Tukey o procedimiento de comparaciones múltiples en cada variable respuesta (IA y R), identificando cuales de las medias del conjunto de datos correspondientes a TS eran diferentes. De esta manera se agruparon los TS con mayor R y menor IA. Se realizó un paralelo de comparación, encontrando cuales de los TS coincidían a la vez en los factores agrupados. Identificados estos TS se realizó la selección de la semilla para la extracción apoyada en criterios como la facilidad en su adquisición: cantidad disponible y transporte, respecto a la ubicación de los procesos de extracción (Oiba y Bucaramanga, Santander). Así mismo de los niveles establecidos para condiciones de operación fueron identificadas la presión y temperatura que mejor se ajustaban a las variables respuesta R e IA.

3.2 FASE II. EXTRACCIÓN DE ACEITE

Se encuentran a continuación los procedimientos realizados para la extracción del aceite de ricino de la semilla seleccionada.

3.2.1 Extracción Mecánica en Prensa.

Las condiciones de operación para este proceso fueron determinadas experimentalmente (tiempo de extracción, presión y temperatura). Las semillas fueron preparadas por calentamiento mínimo con el fin de homogenizar el proceso y luego se realizó el proceso de extracción en la prensa hidráulica eléctrica Berstorff. Finalmente el aceite producto de la extracción fue decantado y filtrado. (Ver descripción del proceso completo en Anexo C)

3.2.2 Extracción por Cocción en Medio Acuoso

Este proceso se realizó por procedimientos netamente tradicionales, no se empleó ningún ajuste en cuanto a condiciones del proceso como tal. El proceso seguido

fue: preparación de la semilla limpiando, tostado y moliendo las semillas, seguido de la extracción por cocción en medio acuoso a temperatura de ebullición y en su etapa final es filtrado en caliente. (Ver descripción del proceso completo en Anexo D)

3.2.3 Rendimiento de métodos de extracción.

Se realizaron réplicas por triplicado del método de extracción en prensa mecánica y réplicas por duplicado con el método de cocción en medio acuoso registrando el peso inicial de las semillas por replica y la respectiva cantidad de aceite extraído, al ser caracterizados se obtuvo su densidad, calculando el rendimiento (en base húmeda) en cada etapa y después promediado para ser comparado entre métodos de extracción.

3.3 FASE III. CALIDAD DEL ACEITE EXTRAIDO

Los aceites extraídos en prensa mecánica hidráulica y por cocción en medio acuoso fueron analizados fisicoquímicamente calculando los parámetros de calidad registrados en la norma técnica Colombiana NTC 1529 de 1998, “ACEITE PURO DE CASTOR (aceite de ricino) PARA LA INDUSTRIA DE COSMÉTICOS”, la cual establece la normatividad vigente para cada uno de los ensayos fisicoquímicos a realizar en aceite de ricino (higuerilla) para la industria cosmética. (Ver Requisitos para el aceite puro de castor en Anexo E). Los procedimientos desarrollados para la determinación de caracterizaciones fisicoquímicas se basaron en dicha norma colombiana. (ver Anexo F).

3.3.1 Comparación con Aceite Grado USP

Obtenidas las caracterizaciones fisicoquímicas de cada uno de los aceites, se procedió a realizar un paralelo de comparación entre cada uno de los dos procesos con respecto a los parámetros estandarizados en la norma NTC 1529.

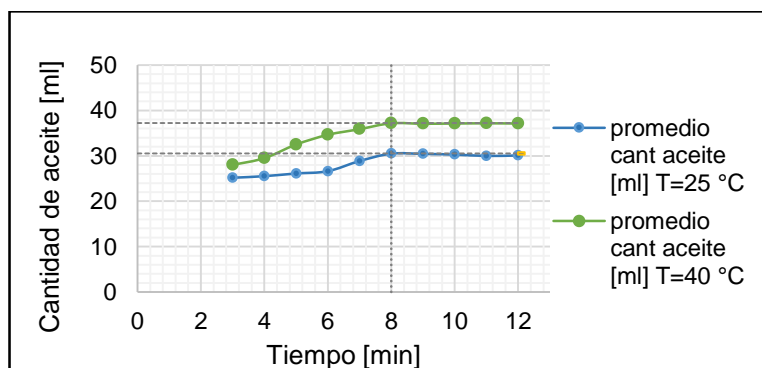
4. ANÁLISIS DE RESULTADOS

4.1 FASE I. ESTUDIOS PRELIMINARES

4.1.1 Selección del tiempo de extracción.

En la figura 3 se observa que el tiempo de extracción es función de la cantidad de aceite extraído conforme el tiempo y la temperatura del experimento cambian en la prensa hidráulica, el tiempo registrado para obtener la mayor cantidad de aceite es de 8 minutos, en tiempos menores a este la cantidad de aceite es más baja y después de este tiempo el porcentaje de variación obtenido es mínimo.

Figura 3. Tiempo de extracción en prensa hidráulica en función de la cantidad de aceite obtenido



4.1.2 Diseño factorial

Las respuestas determinantes para seleccionar las condiciones de operación de la prensa (presión y temperatura) fueron:

- Menor índice de acidez ya que un elevado valor de este índice muestra un alto grado de rancidez del aceite y según la norma INCONTEC 218, a mayor índice de acidez mayor es el grado de descomposición lipolítica de los glicéridos ocurrida por la hidrolisis enzimática, tratamiento químico o acción bacteriana.
- Mayor cantidad de aceite obtenido con el fin de aumentar el rendimiento de cada extracción.

En las figura 4 y 5 se muestra los índices de acidez y las cantidades de aceite obtenidos con respecto a las condiciones de operación en la prensa hidráulica eléctrica. En la figura 4, se observa el menor índice de acidez (IA= 1,29 mg KOH/g) correspondiente a una Temperatura de 60 °C y Presión de 50 kg/cm². En la figura 5, la mayor cantidad de aceite (CA= 46,5 ml) se obtiene a una Temperatura de 80 °C y Presión de 60 kg/cm², estas condiciones fueron las seleccionadas para el posterior diseño de experimentos expuestas en la tabla 2.

Tabla 2. Condiciones seleccionadas diseño factorial.

factor determinante para la decisión		T [°C]	P [kg/ cm2]
Menor índice de acidez en mg KOH/g de muestra	1,29	60	50
Mayor Cantidad de aceite [ml]	46,50	80	60

Figura 4. Índice de acidez de aceites extraídos Vs temperatura de operación de la prensa hidráulica eléctrica.

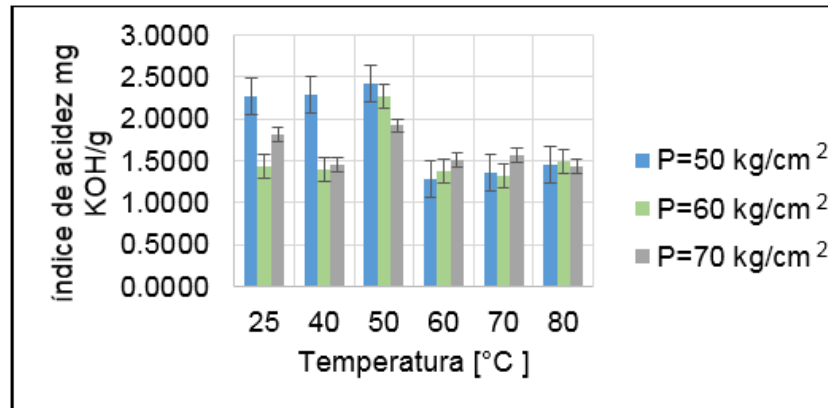
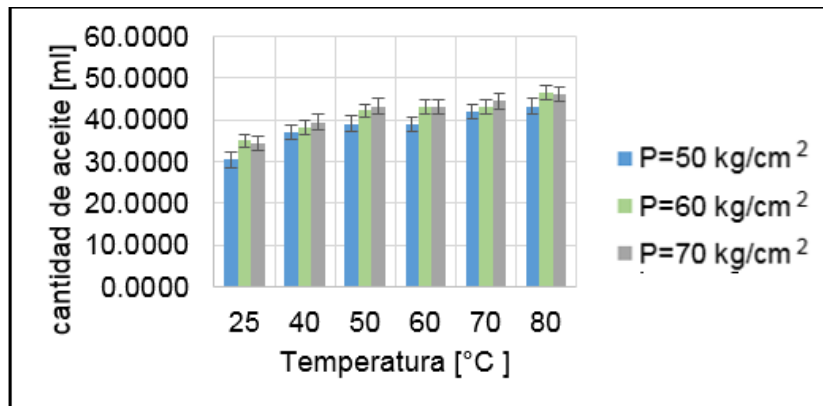


Figura 5. Cantidad de aceite extraído Vs temperatura de operación de la prensa hidráulica eléctrica.



4.1.3 Influencia de los factores en las variables respuesta

Se graficaron los efectos principales en Minitab con el fin de identificar la existencia de efectos producidos por los factores de análisis (condiciones de extracción y tipo de semilla) sobre el rendimiento y el índice de acidez.

En la figura 6 se identifica al factor tipo de semilla como el factor que genera el mayor efecto sobre el rendimiento al alejarse los puntos medios de las observaciones de cada nivel de la media principal en una proporción mayor que el factor condiciones de extracción. En la figura 7 el factor que genera el mayor efecto sobre la variable respuesta índice de acidez es nuevamente el tipo de semilla (TS), ya que al implementar un tipo en específico, por ejemplo, la semilla de Oiba, el índice de acidez aumenta considerablemente, en contraste con la semilla Variedad Blanca el índice de acidez disminuye notoriamente.

Lo anterior indica que el factor tipo de semilla influye claramente en los efectos producidos para índice de acidez y rendimiento. Los efectos generados por el factor condiciones de extracción (TP), en este punto no son tan significativos a raíz de la selección del rango (2 presiones y 2 temperaturas) realizado en las pruebas preliminares buscando los menores índices de acidez y mayor rendimiento en las pruebas de extracción.

Figura 6. Efectos principales de los factores condiciones de extracción y tipo de semilla sobre el rendimiento de extracción de aceite de ricino.

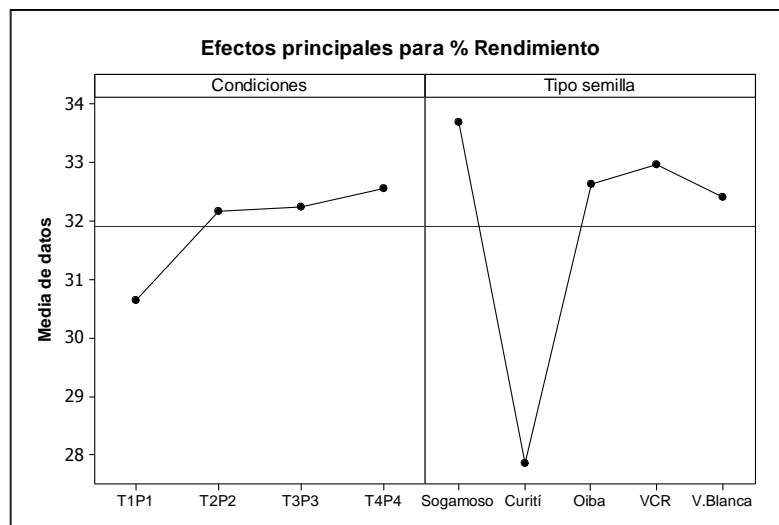
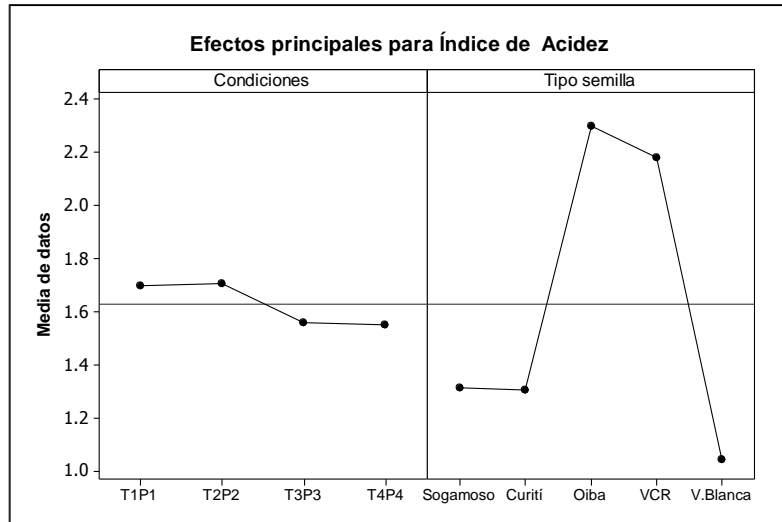


Figura 7. Efectos principales de los factores condiciones de extracción y tipo de semilla sobre el índice de acidez de aceite de ricino.



4.1.4 Análisis estadístico.

Los resultados obtenidos en el diseño factorial fueron analizados con un análisis de varianza de dos factores; condiciones de extracción temperatura y presión (TP) y tipo de semilla (TS) con una sola muestra por grupo, con variable respuesta el índice de acidez (IA) y el rendimiento (R). Los resultados señalan que se rechaza la hipótesis nula (H_0): “donde no existen diferencias estadísticas significativas para los índices de acidez/rendimiento según el factor de análisis con un 95% de confiabilidad” para TS y se acepta (H_0) para TP, (ver Anexo G). Concluyendo de esta manera que la clase o tipo de semilla (TS) es un factor que influye en la extracción del aceite más factible sobre el rendimiento y el índice de acidez, según el análisis estadístico implementado.

Para verificar que el factor TS influye significativamente se analizó dicho factor con un análisis de varianza Anova de un factor (ver resultados Anexo H), seguido del procedimiento de comparaciones múltiples de Tukey (ver resultados Anexo I). Este

último procedimiento se realizó en Microsoft Excel y se confirmó con minitab. Los resultados obtenidos en el primer análisis con variables respuesta el rendimiento e índice de acidez respectivamente indican que la hipótesis nula (H_0) es rechazada para el factor de análisis (tipo de semilla TS) en cuanto al IA y el R.

Para identificar el tipo de semilla que marcó la diferencia se analizaron los resultados de la prueba de Tukey (Ver Anexo J). Dentro de los resultados obtenidos del rendimiento (R) no existen diferencias significativas entre las semillas Variedad Blanca, Oiba, VCR, y Sogamoso a diferencia del rendimiento de extracción de la semilla de Curití ya que este tipo de semilla presentó el menor rendimiento (alrededor del 27,8% en peso), alejándose de la media aritmética en un 15%. El rendimiento promedio más alto obtenido fue el de la semilla de Sogamoso con un valor aproximado del 33,7% en peso, seguido de la semilla VCR con 32,9% en peso. En cuanto al índice de acidez se encontraron diferencias significativas en las que se evidencia que los índices más bajos de acidez se encuentran en las semillas Variedad Blanca, Sogamoso y Curití en contraste con las semillas VCR y Oiba. El índice de acidez promedio reportado como el más bajo es el de las semillas de Variedad Blanca con un valor de 1,04 mg KOH/g muestra, y el más elevado el de las semillas de Oiba con un valor de 2,34 mg KOH/g muestra con respecto a la media aritmética.

4.1.5 Selección de la semilla para extracción

La semilla seleccionada para la extracción de aceite de ricino se basó en criterios cuantitativos, identificando el mayor rendimiento perteneciente al grupo A del análisis de Tukey, que tiene como variable respuesta R ; y el menor índice de acidez que perteneciera al grupo B*, que tiene como variable respuesta IA. (Ver Anexo J. Resultados de la agrupación de datos por el método Tukey para selección del tipo de semilla).

Las semillas que cumplieron dichos criterios fueron variedad Blanca y Sogamoso. Además la elección se apoyó finalmente en la cantidad disponible, cercanía para la recolección y transporte de la semilla, respecto a la ubicación de los procesos de extracción. La semilla variedad Blanca obtuvo la mejor calificación y fue adquirida del municipio de la mesa de los santos, Santander.

4.1.6 Condiciones de extracción para el método de prensado

Las condiciones de extracción (temperatura y presión) por el método de presión se seleccionaron tomando los resultados obtenidos para la semilla variedad blanca en el diseño de experimentos donde el mayor valor registrado para el rendimiento fue de 34,76% en peso y el menor índice de acidez es de 0,97 mg KOH/ g muestra que corresponden a una temperatura de 80 °C y una presión de 60 kg/cm².

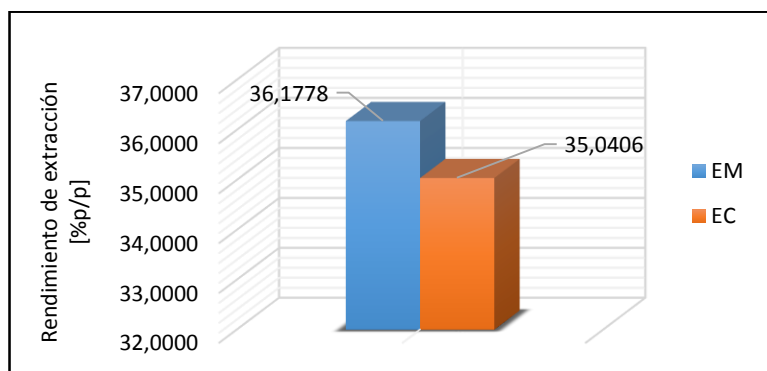
4.2 FASE II. RENDIMIENTO EXTRACCIÓN DE ACEITE DE MÉTODOS LIBRES DE SOLVENTE

En la figura 8 se presentan los resultados de rendimientos promedio en porcentaje de aceite obtenido implementando los métodos de extracción mecánica (EM) y por cocción en medio acuoso (EC) de 36,18% y 35,04% respectivamente (ver Anexo K), valores que se encuentran dentro del rango de rendimiento de extracción que oscilan entre un 20% y 50% para el aceite de ricino, según investigaciones realizadas por el grupo de investigación de Alimentos Frutales de la Universidad Nacional de Colombia [20].

La semilla utilizada para las extracciones se obtuvo de un cultivo de la Mesa de los Santos, Santander. Su semilla original de siembra es la denominada higuierilla

blanca VCR/01-00 certificada por Higueroil que reporta en su ficha técnica un contenido hasta de un 48% de aceite [21]. El método de extracción EM obtuvo la mayor cantidad de aceite de ricino en comparación con el método extracción EC de esta manera es seleccionado como el mejor método de extracción en cuanto al rendimiento. La variación de su contenido de aceite obtenido con respecto al especificado por Higueroil depende en gran parte de las condiciones del cultivo y transporte de la semilla, factores que no se evaluaron en este estudio. Es posible también que parte del aceite quede en la torta después de las extracciones, para determinar el contenido de grasa total, sería necesario realizar extracciones soxhlet.

Figura 8. Rendimiento de métodos de extracción libre de solvente.



4.3 FASE III. CALIDAD

Como control de calidad el análisis de las características físicas y químicas de los aceites es necesario para identificar sus propiedades. La Calidad del aceite debe adecuarse a las características que permiten entrar en las exigencias de las normas y aceptación de la industria. En el trabajo desarrollado se determinaron para el aceite extraído por los dos métodos ya mencionados propiedades físicas como densidad, viscosidad, humedad y sustancias volátiles, índice de refracción, grados Brix y punto de inflamación; además propiedades químicas como índice de acidez, porcentaje de ácidos grasos, índice de hidroxilo e índice de saponificación,

resultados mostrados en la tabla 3. Cada propiedad comparada con especificaciones fisicoquímicas establecidas por entidades nacionales como las normas ICONTEC en la NTC 1529. (Ver especificaciones en la tabla E1 del Anexo E).

4.3.1 Índice de Acidez

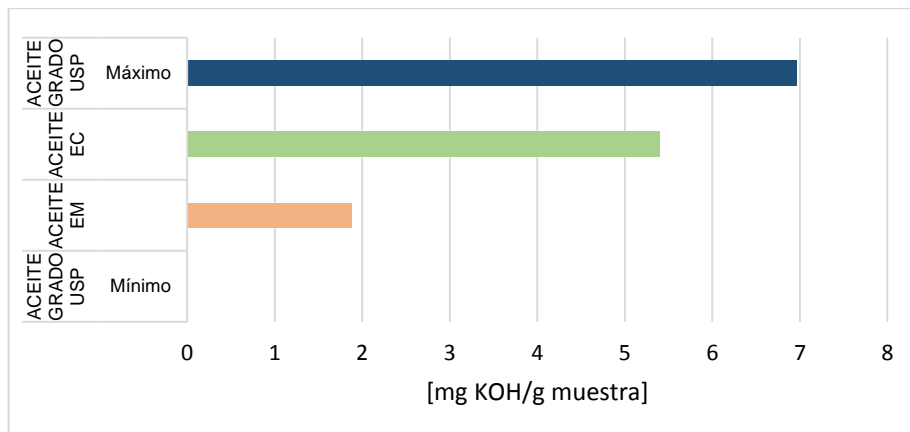
En la figura 9 se encuentran los valores registrados en la caracterización para índice de acidez, se observa que el aceite de extracción mecánica (EM) y el aceite de extracción por cocción en medio acuoso (EC) se localizan dentro de los rangos establecidos por la norma ICONTEC NTC 1529, lo que significa que esta variable analizada presenta niveles permitidos de rancidez por hidrólisis en los dos procesos, siendo esto favorable. Sin embargo el menor índice de acidez corresponde al aceite EM con un valor de 1,88 mg de KOH/g de muestra, este valor con respecto al aceite EC es excedido en un factor aproximado de 2,86, que aunque no excede el valor del límite máximo permitido 6,97 mg de KOH/g de muestra, es alto, lo cual disminuye la calidad del aceite bajo las condiciones de procesamiento por este método con respecto al otro.

Para el aceite EC la razón del alto índice de acidez puede ser por el contacto previo con el aire durante su proceso de obtención, porque ha sido expuesto a calentamiento prolongado y por la molienda de la semilla; sumado a esto el proceso es hidrolizado, lo cual mezcla moléculas de agua con los triglicéridos etapa en que los ácidos grasos se separan de los triglicéridos del aceite, quedando libres y dando el grado de acidez [26]. El valor representado por el aceite EM no ofrece por si solo información concluyente pues su menor valor puede indicar que esta poco hidrolizado y su deterioro por hidrolisis es bajo, o bien que el estado de deterioro oxidativo es más avanzado y que parte de los ácidos grasos libres han comenzado a oxidarse [27], para comprobar este comportamiento es necesario realizar una prueba de peróxidos al aceite.

Tabla 3. Registro de resultados Pruebas de Caracterización Físicoquímicas.

CARACTERÍSTICAS FÍSICOQUÍMICAS				
CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS				
PROPIEDAD	ACEITE EM	ACEITE EC	ACEITE GRADO USP	
			Mínimo	Máximo
Índice de Acidez [mg KOH/g muestra]	1.8839	5.3962	-	6.9650
Valor Índice de Hidroxilo	177.7389	264.1437	160	168
Índice de Saponificación	285.9495	276.5744	176	182
Ácidos Grasos Libres [ml de KOH 0.1 N/10g de muestra]	0.9470	2.7125	-	3.5
CARACTERÍSTICAS FÍSICAS				
Densidad Relativa 25°C	0.9621	0.9592	0.957	0.961
Viscosidad a 25 °C [Poises]	6.2132	6.3124	6	8
Humedad y sustancias volátiles, en porcentaje de masa	0.4747	0.1077	-	0.25
Índice de Refracción a 20 °C	1.4766	1.4773	1.473	1.477
° Brix	75.4667	75.8000	73.7518	75.7802
Punto de Inflamación [°C]	294.7220	298.1940	-	230

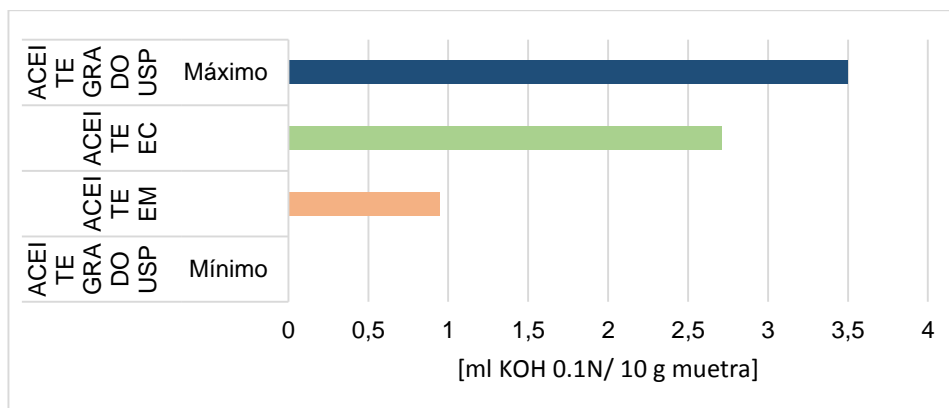
Figura 9. Índice de acidez de aceites extraídos y de aceite grado USP



4.3.2 Porcentaje de Ácidos Grasos

En la figura 10 se registran los valores de la caracterización para porcentaje de ácidos grasos, se observa que el aceite EM y el aceite EC se encuentran dentro del rango establecido para aceite por la norma ICONTEC NTC 1529, el menor porcentaje de ácidos grasos corresponde al aceite EM con un valor de 0,95 ml de KOH 0.1 N/10g de muestra, el aceite EC excede en un factor semejante al índice de acidez de 2,86 al aceite EM. Este resultado está estrechamente relacionado con el índice de acidez, siendo otra manera de expresar la acidez del aceite o el contenido de ácidos grasos libres, provenientes de la hidrólisis de los glicéridos; en el caso del aceite de ricino se expresa el cálculo en tanto por ciento de ácido oleico. El porcentaje de ácidos grasos en los dos aceites se encuentra en parámetros de calidad permitidos, aún con el mayor porcentaje para el aceite EC que genera mayor deterioro del aceite.

Figura 10. Porcentaje de ácidos grasos de aceites extraídos VS aceite grado USP.

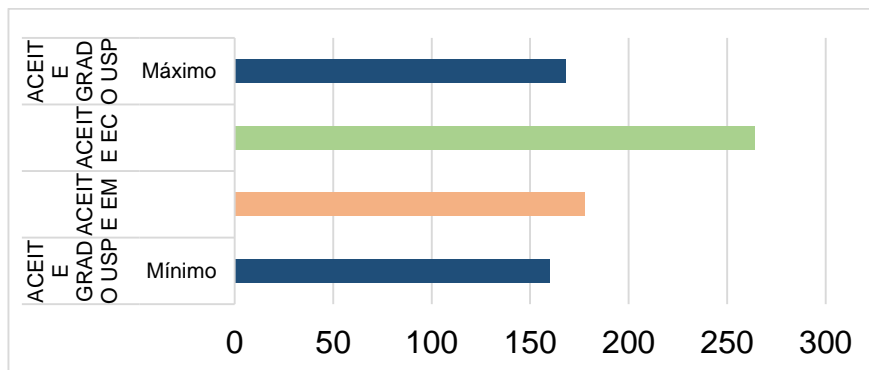


4.3.3 Índice de Hidroxilo

En la figura 11 se observan los resultados arrojados para el valor del índice de hidroxilo, tanto para el aceite EM como EC los valores se encuentran fuera del rango establecido por la norma ICONTEC NTC 1529, excediendo considerablemente el límite máximo, este parámetro no es un criterio descalificante y solo se hace en los casos que se requiere comprobar la presencia de grupos hidroxilos. En el caso del aceite EM excede en 5,80% y del aceite EC en 57,23%. De esta manera el aceite EC presenta un índice de hidroxilo mayor al valor arrojado por el aceite EM. El aceite de ricino se caracteriza por su alto índice de acetilo o de hidroxilo y su importancia en la aplicación industrial es evidenciada en productos sintetizados por medio de las reacciones de este grupo hidroxilo [10]. El grupo hidroxilo del ácido ricinoléico, su principal constituyente, puede ser acetilado o alcoxlado, o removido por deshidratación para incrementar la insaturación del compuesto [28]. Su presencia confiere a los aceites características como una alta viscosidad, miscibilidad en alcohol y ácido acético sin necesidad de calor y un bajo punto de solidificación [29]. De acuerdo a lo anterior dentro de los límites especificados el grupo hidroxilo le confiere al aceite propiedades favorables y la capacidad de llevar a cabo importantes reacciones para la industria como la deshidratación, sulfatación o reacciones de uretano; excedidos los límites confirma la presencia de ácido

ricinoléico en mayor proporción y aumenta la complejidad en la naturaleza de las reacciones en cuanto a reactivos adicionados, condiciones de operación (altas temperaturas) y productos obtenidos.

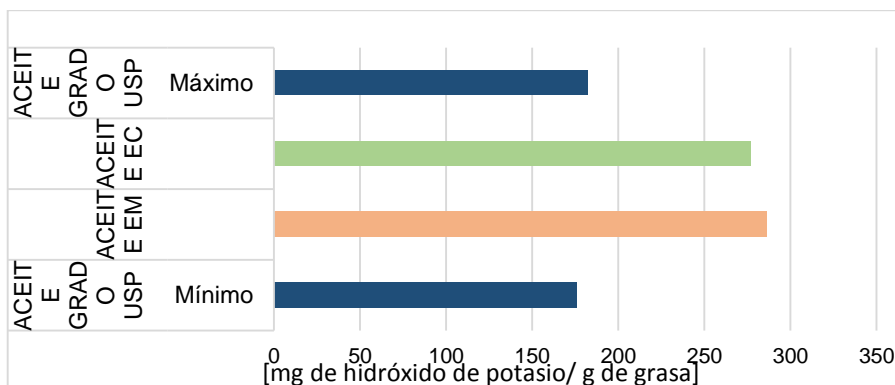
Figura 11. Índice de hidroxilo de aceites extraídos VS aceite grado USP



4.3.4 Índice de Saponificación

En la figura 12 se observan los resultados para índice de saponificación que en comparación con los límites establecidos por la norma ICONTEC NTC 1529 los resultados se encuentran fuera del rango establecido, excedido en el caso del aceite EM en un 57,11% y para el aceite EC en 51,96%. El índice de saponificación es mayor para el aceite EM en comparación con el aceite EC. Al analizar el significado de esta propiedad se puede decir que el aceite EM contiene ácidos grasos de bajo peso molecular promedio y de esta manera el número de moléculas es mayor en un gramo de muestra analizada y a su vez el índice de saponificación. El mayor índice de saponificación representa que la cantidad de jabón formada en la transesterificación será alta, siendo también necesaria mayor cantidad de reactivos en la elaboración de estos productos cosméticos.

Figura 12. Índice de saponificación de aceites extraídos VS aceite grado USP.



4.3.5 Densidad

En la figura 13 se observan los valores de densidad para cada uno de los aceites EM y EC, los cuales se encuentran dentro del rango establecido por la norma ICONTEC NTC 1529, el cambio entre estos no difiere en más de 0,31%, indicando buena calidad con respecto a esta propiedad; además el aceite EM es más denso comparado con el registro del aceite EC que corrobora una mayor calidad de este aceite. Las variaciones de densidad de una sustancia a otra dependen de factores como la temperatura y la presión [30]; con respecto a esto el menor valor registrado para el aceite EC puede ser justificado en la prolongada exposición del aceite durante el proceso al calentamiento, teniendo presente que la temperatura disminuye la densidad del fluido.

4.3.6 Viscosidad

En la figura 14 se encuentran los registros para la viscosidad de los aceites EM y EC, los cuales se encuentran dentro del rango permitido por la norma ICONTEC NTC 1529. La diferencia entre las viscosidades de los dos aceites estudiados no excede el 1,57%. La calidad es buena para esta propiedad en ambos casos. El

aceite de ricino posee alta viscosidad con respecto a los demás aceites vegetales conocidos y cambia poco con la temperatura [31], por esto la diferencia entre los resultados de los aceites es baja. La menor viscosidad del aceite EM también se encuentra relacionada con lo deducido para su índice de saponificación e índice de hidroxilo, al poseer ácidos grasos de bajo peso molecular y grupo hidroxilo en menor proporción será un aceite menos viscoso, por tanto EC tendrá mayor viscosidad.

Figura 13. Densidad relativa a 25°C de aceites extraídos VS aceite grado USP.

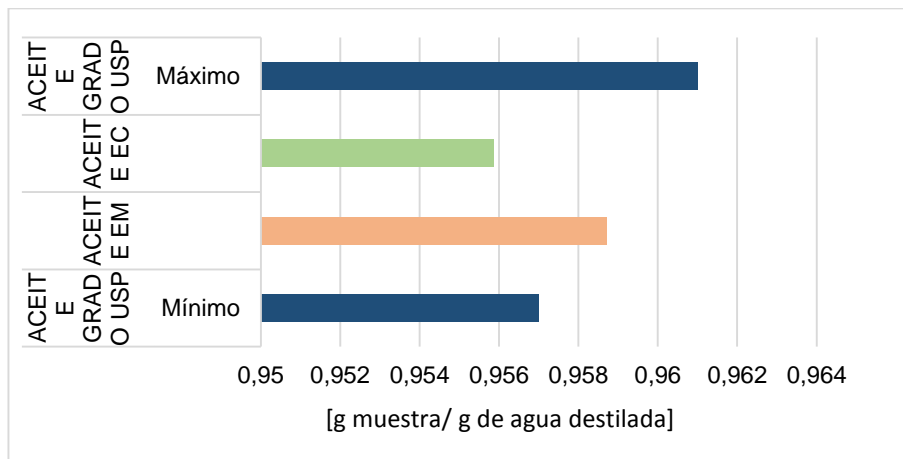
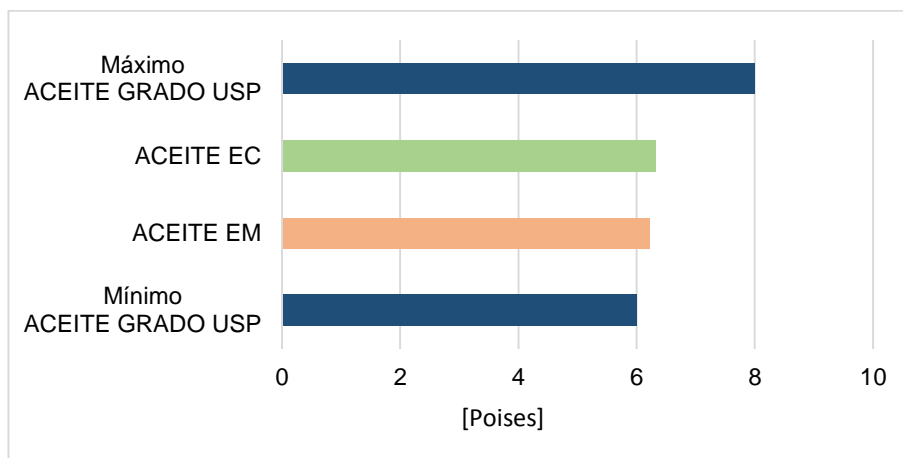


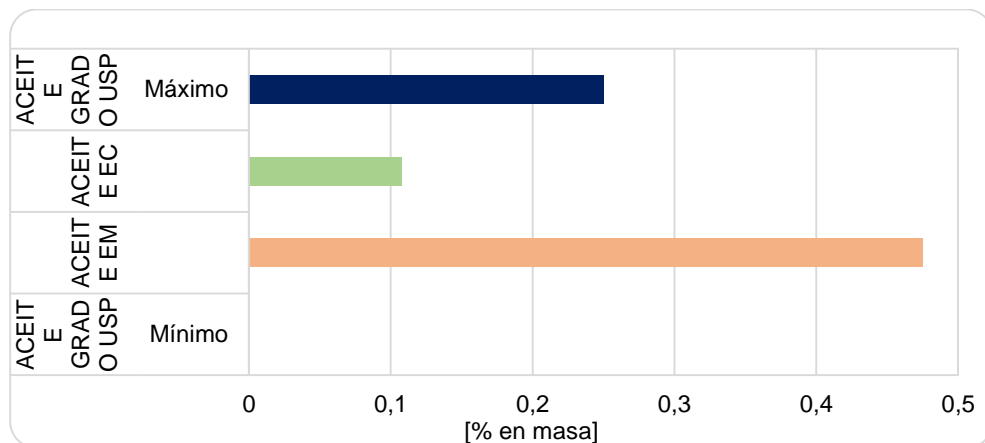
Figura 14. Viscosidad de aceites extraídos VS aceite grado USP



4.3.7 Humedad y Sustancias Volátiles

En la figura 15 se observan los resultados para humedad y sustancias volátiles en los aceites EM y EC, el aceite EC se clasifica dentro del rango establecido de humedad en la norma ICONTEC NTC 1529, este bajo porcentaje de humedad 0,11% puede deberse al calentamiento continuo al que es expuesto el aceite extraído, en la etapa en que es frito para deshumidificar el resultado del proceso, volatilizand las sustancias susceptibles. En el caso del aceite EM no ocurre lo mismo, esta semilla no es expuesta a procesos de secado que eliminen humedad o sustancias volátiles presentes durante la extracción el aceite, se excede el límite máximo de la norma en aproximadamente un 89,88%, presentado baja calidad con respecto a esta propiedad. Se debe tener en cuenta que los aceites entran en contacto con partículas de agua circundantes en la corriente de aire. Este parámetro puede estar a su vez relacionado con el deterioro oxidativo que se expuso en la fase del índice de acidez, pues no solo se pueden presentar partículas de agua sino de sustancias volátiles producto del deterioro oxidativo de ácidos grasos insaturados, que al ser expuestas al calentamiento y volatilizadas provoquen mayor cambio de peso entre la muestra inicial y final.

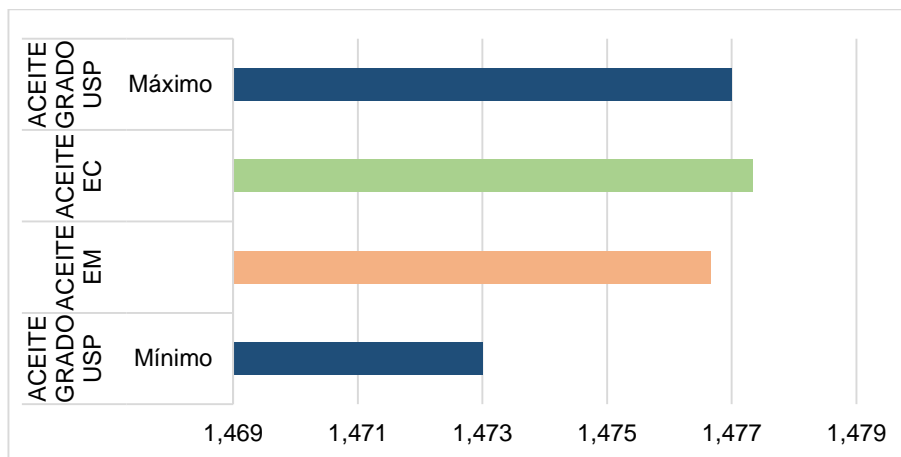
Figura 15. Humedad y sustancias volátiles de aceites extraídos VS aceite grado USP.



4.3.8 Índice de Refracción

En la figura 16 se observan los datos del aceite EM y EC en cuanto a índice de refracción. El aceite EM clasifica en los rangos establecidos por la norma ICONTEC NTC 1529, mientras el aceite EC se encuentra justamente sobre el límite máximo con valor de 1,477, excediéndolo en 0,02%. Los valores obtenidos entre aceites son muy semejantes diferenciados en un 0,047%. Los dos aceites presentan comportamiento similar en su refringencia por lo que se puede entender la baja interferencia del método de extracción en su resultado y clasifican dentro de una buena calidad, indicando pureza e identificando el aceite con respecto a esta propiedad.

Figura 16. Índice de refracción de aceites extraídos VS aceite grado USP.

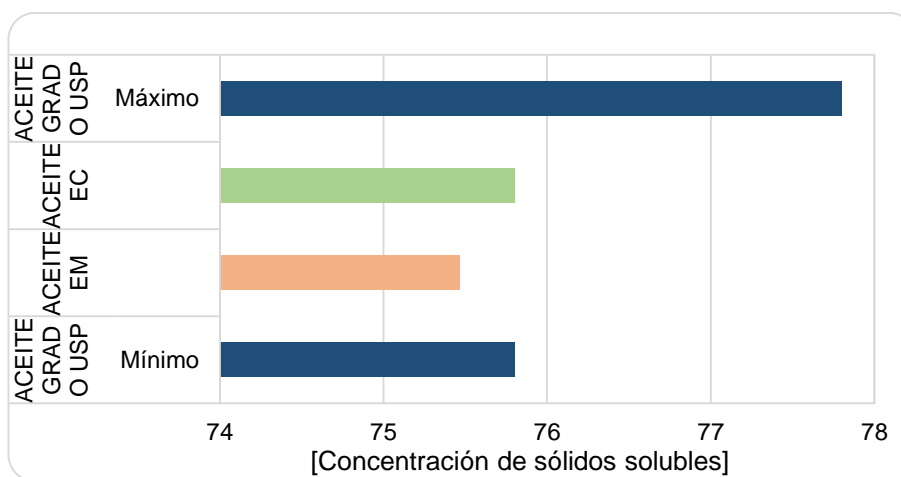


4.3.9 Grados Brix

En la figura 17 se presentan los grados Brix identificados para cada uno de los aceites. Los resultados del aceite EM se encuentran dentro de los rangos permitidos por la norma ICONTEC NTC 1529. El aceite EC está justo sobre el límite máximo y

lo excede en 0,03%. Los dos aceites presentan comportamiento similar variado en un 0,44%. Identificando a los aceites con buena calidad respecto a este parámetro. Esta caracterización se basa en determinar la concentración de los sólidos disueltos en el aceite, y se relaciona directamente con el índice de refracción, por lo tanto aumentos en su concentración harán que el índice de refracción aumente [32], la viscosidad del aceite también aumenta con el incremento en la concentración de sólidos solubles [33], esto se comprueba al comparar los resultados obtenidos en las caracterizaciones para índice de refracción y viscosidad de los dos aceites. Finalmente cuanto mayor sea el valor en grados brix del aceite, mayor es su concentración y menor la cantidad de agua [34], en tanto el aceite EC tiene menor porcentaje de humedad y sólidos volátiles.

Figura 17. Grados Brix de aceites extraídos VS aceite grado USP.

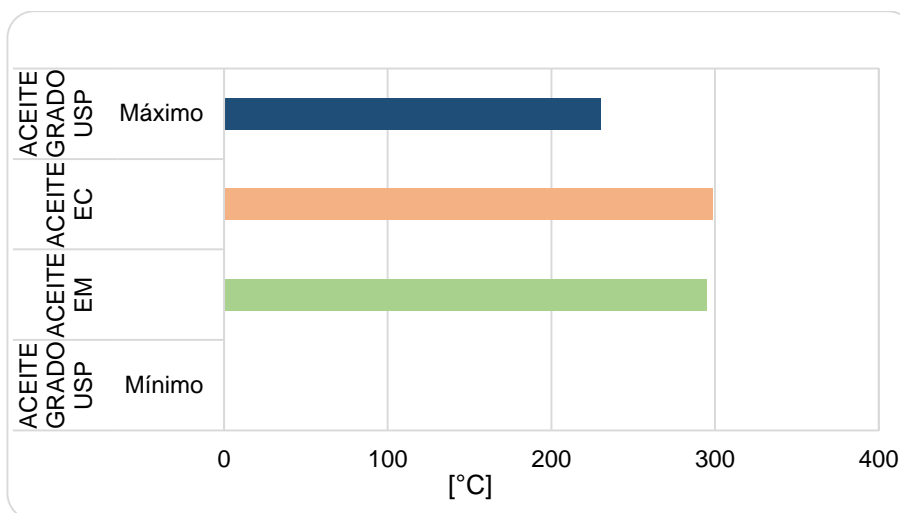


4.3.10 Punto de Inflamación

En la figura 18 se presentan los resultados obtenidos para las pruebas del punto de inflamación de los aceites extraídos. Se observa que los valores sobrepasan el límite de 230 °C establecido en la norma ICONTEC NTC 1529; el aceite EM excede en un 21,96% y el aceite EC en un 22,87%, existiendo además una diferencia entre

los dos métodos de 1,16%, disminuyendo la importancia del proceso de extracción con respecto a la propiedad. Esta medida con mayor rango de temperatura representa en los aceites mayor estabilidad térmica cuando se calientan en contacto con el aire, obteniendo menor capacidad de inflamarse y clasificando a los aceites con buena calidad respecto a este parámetro. También se pueden relacionar estos resultados con los contenidos en porcentajes de ácidos grasos libres obtenidos anteriormente, pues esta propiedad depende principal y proporcionalmente del contenido de estos [35].

Figura 18. Punto de inflamación de aceites extraídos VS aceite grado USP.



CONCLUSIONES

Los diferentes métodos de extracción analizados dependen de variables que pueden ser manipuladas y controladas, en el caso específico del método de extracción mecánico en prensa hidráulica eléctrica se evidenció que variables como la temperatura y presión, influyen en el rendimiento de extracción de aceite de ricino y su índice de acidez, establecidas estas condiciones el factor tipo de semilla influye considerablemente según análisis estadísticos implementados.

Las caracterizaciones fisicoquímicas aplicadas a cada uno de los aceites permitieron identificar sus propiedades y obtener un conocimiento previo de la calidad de los aceites crudos en los dos procesos de extracción desarrollados. Encontrando que los dos aceites cumplen la mayoría de las propiedades evaluadas: densidad, viscosidad, índice de refracción, grados brix, índice de acidez y porcentaje de ácidos grasos; a excepción de propiedades como índice de saponificación e índice de hidroxilo para los dos métodos y en el caso del aceite de extracción mecánica la humedad y sustancias volátiles que fueron excedidos, teniendo en cuenta que las comparaciones se realizaron para aceites crudos de extracción sin ningún proceso de refinación adicional contra exigencias de aceites puros.

El rendimiento de los aceites obtenidos presentó variaciones prudentes bajo la influencia de los métodos de extracción, su diferencia no fue mayor a 1.13 % en peso de aceite obtenido, sin embargo el mayor rendimiento lo presentó el método de extracción mecánica en prensa, que si se tiene en cuenta como tal el proceso se clasifica como el mejor, pues es menos complejo y no está expuesto a consumos energéticos elevados. La calidad del aceite por prensa también fue superior después de comparaciones en cada una de las propiedades fisicoquímicas caracterizadas bajo criterios de exigencias para el aceite de ricino grado USP.

RECOMENDACIONES.

El tiempo de almacenamiento, transporte y conservación de la materia prima (semillas de higuera) puede relacionarse con los valores de índice de acidez y porcentajes de humedad de los aceites obtenidos; se recomienda analizar dichas variables en posteriores investigaciones, teniendo presente que estas dos caracterizaciones fisicoquímicas son determinantes en la calidad del aceite.

Las características fisicoquímicas excedidas en los análisis presentados pueden ser mejoradas por procesos de refinación según corresponda, como neutralización, desgomado, desodorización y destilación al vacío, entre otros.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. Observatorio agroindustrias, anuario 2005 Agroindustria y competitividad: estructura y dinámica en Colombia En: Agroindustria y competitividad: estructura y dinámica en Colombia Agroindustrias. 2005, 31 p.
2. GANDUNGLIA, Federico, *et al.* Manual de biocombustibles. Asociación regional de empresas de petróleo y gas natural de latinoamérica y el caribe.IICA. En: sección 2 upstream, Octubre, 2009. p. 143.
3. FEDERACIÓN NACIONAL DE BIOCOMBUSTIBLES DE COLOMBIA. CORPOICA lanza primera variedad colombiana de higuera para clima frío moderado. Marzo, 2011. [20-Julio-2016] Disponible en: <<http://fedebiocombustibles.com/v3/nota-web-id-679.htm#sthash.qXOzei7d.dpuf>>
4. CARDONA, C; ORREGO,C y GUTIÉRREZ,F. La higuera una alternativa agroindustrial. Universidad Nacional de Colombia. Manizales: Artes Gráficas Tizán. 2009. 89 p. ISBN: 978-958-44-5456-0.
5. JIMÉNEZ OCAMPO, Rafael, *et al.* Pasta proteica decodificada de higuera en la alimentación animal. Agrícolas y Pecuarias. Editado por Instituto Nacional de Investigaciones Forestales. Folleto técnico no.64.México D.F.:2013, p.1-3.

6. SÁNCHEZ MEDINA, Iris y HUERTAS GRECO, Karina. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semillas de *ricinus communis*. (higuerilla) modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero. Universidad tecnológica de Pereira. Facultad de tecnología. Pereira: 2012. p.150 .
7. ALEXOPOULOU, Efthymia, *et al.* Comparative studies on several castor (*Ricinus communis* L.) hybrids: Growth, yields, seed oil and biomass characterization. En: Industrial crops and products. Noviembre, 2015, vol. 75, p.8-13. DOI:10.1016/j.indcrop.2015.07.015.
8. MOHAMED, Mehanna Hani, *et al.* Improving quantity and quality of castor bean oil for biofuel growing under severe conditions in Egypt. *En*: Energy Procedia. Egipto:2015, Vol. 68, p 117 – 121. DOI: 10.1016/j.egypro.2015.03.239.
9. FUENTES, Alfredo Fernando. Caracterización de las propiedades de la *jatropha* y la higuerilla como insumos para la producción de biodiesel y su potencial en la mitigación de emisiones de gases de efecto invernadero. Tesis de doctorado. Universidad nacional autónoma de México. Noviembre 2006. 16 p.
10. CABRALES, Roberto y MARRUGO N. José. Rendimiento en la semilla y análisis del aceite de higuerilla. Universidad de Córdoba. Grupo de investigación agronomía – GAQAA (química). Córdoba: [s.n].2010.
11. MONTOYA ARBELÁEZ, Jorge. Modelamiento y simulación de la cinética de transesterificación del aceite de ricino con alcohol etílico, catalizada con NaOH.

Universidad nacional de Colombia sede Medellín, Tesis MSc. Ingeniería Química. Medellín: Febrero, 2009, p.232.

12. CARDENAS, Luis Gerardo y SAYEGH, Andrawes. Plan de empresa basado en el uso de aceite de higuera para la industria cosmética. Tesis maestría. Universidad ICESI.2011, p.73.
13. VALDERRAMA, José; MERY, Alejandro y ARAVENA, Felipe. Industrialización de la higuera o planta de ricino parte II: Extracción de aceite. Facultad de ingeniería, universidad de la Serena. Casilla 554. En: Revista de Información tecnológica. Vol. 5.no.3. La Serena- Chile:1994, p. 72.
14. GRASSO, Florencia Verónica. Diseño del proceso: Pretratamiento enzimático para extracción de aceites vegetales en un extractor de columna. Tesis presentada para el grado de doctor en ingeniería. Universidad nacional de la plata. Departamento de ingeniería química. 2013.
15. SARMIENTO D. Mónica y URIBE P. William. Evaluación de los factores que influyen en la productividad y calidad del aceite de ricino extraído a escala laboratorio. Tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga: 2014, p.31.
16. LONDOÑO ARANZAZU, Sandra Liliana. Oleaginosas, aceites y grasas. Manizales, Colombia.[s.n].

17. GOWDA N, K, *et al.* Evaluation of castor (*Ricinus communis*) seed cake in the total mixed ration for sheep. *J. Sci. Food Agric.* 89,[s.l]: 2009. pp. 216-220.
18. SAYEGH ORDOÑEZ, Andrawes y CARDENAS ARIAS, Luis. Plan de empresa basado en el uso de aceite de higuierilla para la industria cosmética. Santiago De Cali. Proyecto para optar el título de maestría en administración. Universidad ICESI. Facultad de ciencias administrativas y económicas. 2011.
19. MORENO FONSECA, Liz Patricia, *et al.* Título del capítulo consultado. En: Enciclopedia agropecuaria terranova. Tomo 2. Santafé de Bogotá D.C. Colombia: Terranova editores Ltda. 1995.p.342.
20. CARDONA, C; ORREGO, C y GUTIÉRREZ, F. Biodiesel. Universidad Nacional de Colombia, Manizales:[s.n], 2009, p. 19, 21, 28, 51, 67, 219, 226.
21. HIGUEROIL DE COLOMBIA, Aceite y semillas de higuierilla (Ricino o castor). Ficha técnica. Medellín: 2011. [15-Marzo-2016] Disponible en: <http://pinec.com.co/higueroil/pdf/ficha_tecnica_sbs.pdf>
22. SÁNCHEZ MEDINA, Iris y HUERTAS GRECO, Karina. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semillas de *ricinus communis*. (higuierilla) modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero. Universidad tecnológica de Pereira. Facultad de tecnología. Pereira: 2012.p.85 . [17-Mayo-2016] Disponible en: <<http://repositorio.utp.edu.co/dspace/bitstream/handle/11059/3048/6626S211.pdf;jsessionid=0DA4D970AA94B0C25C578A02992C1852?sequence=1>>

23. MANZANO, P, *et al.* Comparación del porcentaje de aceite y del tamaño de seis ecotipos de semillas de higuera (ricinus communis), de origen sudamericano. En: Revista tecnología ESPOL-RTE. Septiembre, 2009. Vol. 22, no 1, p.6. [25-Junio-2016] Disponible en: <<http://learningobjects2006.espol.edu.ec/index.php/tecnologica/article/viewFile/66/37>>
24. URIBE, William y SARMIENTO, Mónica. Evaluación de los factores que influyen en la productividad y calidad del aceite de ricino extraído a escala laboratorio. Tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga. 2014, p.31.
25. VALDERRAMA, José; MERY, Alejandro y ARAVENA, Felipe. Industrialización de la higuera o planta de ricino parte II: Extracción de aceite. Facultad de ingeniería, universidad de la Serena. Casilla 554. En: Revista de Información tecnológica. Vol. 5.no.3. La Serena- Chile. 1994, p.94.
26. OLEOBOUTIQUE. ¿Qué indica la acidez de un Aceite de Oliva? Blog de Oleoboutique. [20-jun-2016]. Disponible en: <<http://www.oleoboutique.com/que-indica-la-acidez-de-un-aceite-de-oliva/>> Publicado en Enero 16, 2014.
27. MARTINEZ, Cynthia. Determinación del índice de acidez en aceites y grasas comestibles. [20-jun-2016]. Disponible en: <<https://es.scribd.com/doc/97574878/Determinacion-del-indice-de-acidez-en-aceites-y-grasas-comestibles>>

28. HERNÁNDEZ, Sandra M y Mendéz, Daniel H. Transesterificación enzimática del aceite de higuera usando lipasa inmovilizada de *Thermomyces Lanuginosus*. Tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga: 2008. p.53 .[25-Marzo-2016] disponible en: <<http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/332/2/128743.pdf> >
29. HERNÁNDEZ, Jesús y RIVERA, Paola. Evaluación del rendimiento y calidad del aceite de siete variedades de *Ricinus communis*. En: Agronomía Mesoamericana. [s.l.]. [en línea]. Diciembre, 2015. Vol. 27, no 1, p.183-190 ISSN 2215-3608, doi: 10.15517/am.v27i1.21898 [28-Marzo-2016] Disponible en: <<http://revistas.ucr.ac.cr/index.php/agromeso/article/view/21898>>.
30. SUSANA EN CIENCIA. Cuál es la densidad del aceite. [19-jun-2016]. Disponible en: <<http://cual-es-el.com/la-densidad-del-aceite/>>.
31. VALDERRAMA, J; MERY, A y ARAVENA, F. La higuera y su principal producto, el aceite de ricino parte I: Aspectos generales. Facultad de ingeniería, universidad de la Serena. Casilla 554. En: Revista de Información tecnológica. Vol. 5.no.3. La Serena- Chile. 1994.
32. Manuales para educación agropecuaria. Control de calidad de productos agropecuarios. México, D.F: Editorial Trillas. 2 ed. 1990.
33. ROJAS, Salvador; DELGADO, Virginia y MARTÍNEZ, Patricia. Efecto de la temperatura y concentración de sólidos solubles en la viscosidad de soluciones

de sacarosa. Laboratorio de Propiedades Reológicas y Funcionales en Alimentos. Universidad Nacional Autónoma de México. [12-Junio-2016]
Disponibile en:
<http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/25Arrheniusviscosidad_14241.pdf

34. HERRÁEZ, R y MAURÍ, A. Curso teórico-práctico de análisis industrial, En: Análisis agroalimentario. Open course ware. Universidad de Valencia. 2009. p 21-24. [30-Marzo-2016] Disponible en: <http://ocw.uv.es/ciencias/3-1/cursotepcticanlisis_industrial_revistemarikkoo.pdf>.

35. ALTON E. Bailey. Aceites y grasas industriales. Barcelona: Editorial Reverté, S.A, 2001. ISBN-84-291-7901-1.

BIBLIOGRAFÍA

ALEXOPOULOU, Efthymia, *et al.* Comparative studies on several castor (*Ricinus communis* L.) hybrids: Growth, yields, seed oil and biomass characterization. En: Industrial crops and products. Noviembre, 2015, vol. 75, p.8-13. DOI:10.1016/j.indcrop.2015.07.015.

ALTON E. Bailey. Aceites y grasas industriales. Barcelona: Editorial Reverté, S.A, 2001. ISBN-84-291-7901-1.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Kinematic Viscosity of Transparent and Opaque Liquids (and Calculation of Dynamic Viscosity). ASTM D 445. 2006

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Dynamic viscosity and density of liquids by stabinger viscometer (and the calculation of kinematic viscosity). ASTM D 7042. ISO 31040. Julio, 2016.

AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup. ASTM D 92-01,1965.p.9.

ANANDAN, S.; N, Gowda y K, Sampath. Status of biofuels in India and scope of utilizing castor (*Ricinus communis*) cake-a biofuel co-product-as livestock feed. En: H. P. S. Makkar. Biofuel co-products as livestock feed-opportunities and challenges. FAO. Rome:2012. p. 339- 349.

CABRALES, Roberto y MARRUGO N. José. Rendimiento en la semilla y análisis del aceite de higuera. Universidad de Córdoba. Grupo de investigación agronomía – GAQAA (química).Córdoba: [s.n].2010.

CARDENAS, Luis Gerardo y SAYEGH, Andrawes. Plan de empresa basado en el uso de aceite de higuera para la industria cosmética. Tesis maestría. Universidad ICESI.2011, p.73.

CARDONA, C; ORREGO,C y GUTIÉRREZ,F. La higuera una alternativa agroindustrial. Universidad Nacional de Colombia. Manizales: Artes Gráficas Tizán. 2009. 89 p. ISBN: 978-958-44-5456-0

FEDERACIÓN NACIONAL DE BIOCOMBUSTIBLES DE COLOMBIA. CORPOICA lanza primera variedad colombiana de higuera para clima frío moderado. Marzo, 2011. [20-Julio-2016] Disponible en: <<http://fedebiocombustibles.com/v3/nota-web-id-679.htm#sthash.qXOzei7d.dpuf>>

FUENTES, Alfredo Fernando. Caracterización de las propiedades de la jatropha y la higuera como insumos para la producción de biodiesel y su potencial en la mitigación de emisiones de gases de efecto invernadero. Tesis de doctorado. Universidad nacional autónoma de México. Noviembre 2006. 16 p.

GANDUNGLIA, Federico, *et al.* Manual de biocombustibles. Asociación regional de empresas de petróleo y gas natural de latinoamerrica y el caribe.IICA. En: sección 2 upstream, Octubre, 2009. p. 143.

GOWDA N, K, *et al.* Evaluation of castor (*Ricinus communis*) seed cake in the total mixed ration for sheep. *J. Sci. Food Agric.* 89,[s.l]: 2009. pp. 216-220.

GRASSO, Florencia Verónica. Diseño del proceso: Pretratamiento enzimático para extracción de aceites vegetales en un extractor de columna. Tesis presentada para el grado de doctor en ingeniería. Universidad nacional de la plata. Departamento de ingeniería química. 2013.

HERNÁNDEZ, Jesús y RIVERA, Paola. Evaluación del rendimiento y calidad del aceite de siete variedades de *Ricinus communis*. En: *Agronomía Mesoamericana*. [s.l]. [en línea]. Diciembre, 2015. Vol. 27, no 1, p.183-190 ISSN 2215-3608, doi: 10.15517/am.v27i1.21898 [28-Marzo-2016] Disponible en: <<http://revistas.ucr.ac.cr/index.php/agromeso/article/view/21898>>.

HERNÁNDEZ, Sandra M y Mendéz, Daniel H. Transesterificación enzimática del aceite de higuera usando lipasa inmovilizada de *Thermomyces Lanuginosus*. Tesis de grado. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga: 2008. p.53. [25-Marzo-2016] disponible en: <<http://repositorio.uis.edu.co/jspui/bitstream/123456789/332/2/128743.pdf> >

HERRÁEZ, R y MAURÍ, A. Curso teórico-práctico de análisis industrial, En: *Análisis agroalimentario. Open course ware*. Universidad de Valencia. 2009. p 21-24. [30-Marzo-2016] Disponible en: <http://ocw.uv.es/ciencias/3-1/cursotepcticanalisis_industrial_revistemarikkoo.pdf >.

HIGUEROIL DE COLOMBIA, Aceite y semillas de higuera(Ricino o castor).Ficha técnica. Medellín: 2011. [15-Marzo-2016] Disponible en: <http://pinec.com.co/higueroil/pdf/ficha_tecnica_sbs.pdf>

HUERTAS, Karina y SÁNCHEZ, Iris Adriana. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semillas de ricinus communis. (Higuera) modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero. Tesis de grado químico industrial. Universidad tecnológica de Pereira, facultad de tecnología.2012.152 p.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Aceite puro de castor. Aceite de ricino para la industria de cosméticos. NTC 1529. Bogotá D.C:1998.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de acidez y la acidez. NTC 218.Bogotá D.C:2011.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del contenido de humedad y materia volátil. ISO 662. NTC 287.Bogotá D.C: 2002.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación de Índice de refracción. NTC 289.Bogotá D.C:2002.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites animales y vegetales. Determinación del índice de saponificación. NTC 335. Bogotá D.C:1998.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites animales y vegetales. Método de la determinación de la densidad (masa por volumen convencional). ISO 6883:2000 (IDT). NTC 336. Bogotá D.C:2002.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Grasas y aceites animales y vegetales. Preparación de la muestra de ensayo. NTC 5033. Bogotá D.C:2002.

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Aceite puro de castor. Aceite de ricino para la industria de cosméticos. NTC 1529. numeral 5.6 Determinación del valor hidroxilo. Bogotá D.C:1998.

JAIMES B. E. y Delgado S. J. Estudio de perfectibilidad para la creación de una planta productiva de aceite de Higuierilla en la ciudad de Bucaramanga. Universidad Industrial de Santander. Bucaramanga: 2010.

JIMÉNEZ OCAMPO, Rafael, *et al.* Pasta proteica decodificada de higuierilla en la alimentación animal. Agrícolas y Pecuarias. Editado por Instituto Nacional de Investigaciones Forestales. Folleto técnico no.64. México D.F.:2013, p.1-3.

LONDOÑO ARANZAZU, Sandra Liliana. Oleaginosas, aceites y grasas. Manizales, Colombia.[s.n].

Manuales para educación agropecuaria. Control de calidad de productos agropecuarios. México, D.F: Editorial Trillas. 2 ed. 1990.

MANZANO, P, *et al.* Comparación del porcentaje de aceite y del tamaño de seis ecotipos de semillas de higuera (ricinus communis), de origen sudamericano. En: Revista tecnología ESPOL-RTE. Septiembre, 2009.Vol. 22, no 1, p.6. [25-Junio-2016] Disponible en: <<http://learningobjects2006.espol.edu.ec/index.php/tecnologica/article/viewFile/66/37>>

MINISTERIO DE AGRICULTURA Y DESARROLLO RURAL. Observatorio agrocadenas, anuario 2005 Agroindustria y competitividad: estructura y dinámica en Colombia. En: Agroindustria y competitividad: estructura y dinámica en Colombia Agrocadenas. 2005, 31 p.

MONTGOMERY, Douglas. Diseño y análisis de experimentos, En: Diseño factorial 2^k. 2 ed. México.Limusa wiley, 2004. p 218-242.

MONTOYA ARBELÁEZ, Jorge. Modelamiento y simulación de la cinética de transesterificación del aceite de ricino con alcohol etílico, catalizada con NaOH. Universidad nacional de Colombia sede Medellín, Tesis MSc. Ingeniería Química. Medellín: Febrero, 2009, p.232.

MOHAMED, Mehanna Hani, *et al.* Improving quantity and quality of castor bean oil for biofuel growing under severe conditions in Egypt. En: Energy Procedia. Egipto:2015, Vol. 68, p 117 – 121. DOI: 10.1016/j.egypro.2015.03.239.

MORENO FONSECA, Liz Patricia, *et al.* Título del capítulo consultado. En: Enciclopedia agropecuaria terranova. Tomo 2. Santafé de Bogotá D.C. Colombia:Terranova editores Ltda.1995.p.342

OLEOBOUTIQUE. ¿Qué indica la acidez de un Aceite de Oliva? Blog de Oleoboutique. [20-jun-2016]. Disponible en: <<http://www.oleoboutique.com/que-indica-la-acidez-de-un-aceite-de-oliva/>> Publicado en Enero 16, 2014.

MARTINEZ, Cynthia. Determinación del índice de acidez en aceites y grasas comestibles. [20-jun-2016]. Disponible en: <<https://es.scribd.com/doc/97574878/Determinacion-del-indice-de-acidez-en-aceites-y-grasas-comestibles>>

ROJAS, Salvador; DELGADO, Virginia y MARTÍNEZ, Patricia. Efecto de la temperatura y concentración de sólidos solubles en la viscosidad de soluciones de sacarosa. Laboratorio de Propiedades Reológicas y Funcionales en Alimentos. Universidad Nacional Autónoma de México. [12-Junio-2016] Disponible en: <http://depa.fquim.unam.mx/amyd/archivero/25Arrheniusviscosidad_14241.pdf>

SÁNCHEZ MEDINA, Iris y HUERTAS GRECO, Karina. Obtención y caracterización de biodiesel a partir de aceite de semillas de ricinus communis. (higuerilla) modificadas genéticamente y cultivadas en el eje cafetero. Universidad tecnológica de Pereira. Facultad de tecnología.Pereira: 2012.150 p.

ANEXOS

Anexo A. Resultados pruebas preliminares.

Tabla A1. Respuestas de índice de acidez y cantidad de aceite en pruebas preliminares.

T [°C]	P=50 [kg/cm ²]		P=60 [kg/cm ²]		P=70 [kg/cm ²]	
	IA	CA	IA	CA	IA	CA
25	2.2735	30.5000	1.4329	35.0000	1.8179	34.3000
40	2.2890	37.1000	1.3936	38.2000	1.4533	39.5000
50	2.4227	39.1000	2.2642	42.2000	1.9195	43.3000
60	1.2869	39.0000	1.3844	43.2500	1.5073	43.2000
70	1.3624	42.0000	1.3224	43.1000	1.5665	44.5000
80	1.4618	43.2000	1.4921	46.5000	1.4362	46.2000

Donde

IA: índice de acidez en mg KOH / g de muestra.

CA: cantidad de aceite extraído en mililitros.

Anexo B. Diseño factorial completo 2².

Tabla B1. Plan de experimentación y respuestas observadas.

Plan de experimentación		Semilla Curití			
		Replica			
T[°C]	P[kg/cm²]	I		II	
		%Rendimiento	Índice acidez	%Rendimiento	Índice acidez
60	50	27.9553	1.4992	27.0047	1.4323
60	60	28.1887	1.4594	29.3522	1.5579
80	50	28.5938	1.0854	27.6695	0.9934
80	60	27.3046	1.1348	26.7628	1.2712
Plan de experimentación		Semilla Oiba			
		Replica			
T[°C]	P[kg/cm²]	I		II	
		%Rendimiento	Índice acidez	%Rendimiento	Índice acidez
60	50	32.8460	2.2269	31.6806	2.1211
60	60	29.8604	2.4134	33.1721	2.3214
80	50	32.1349	2.3863	32.1871	2.5061
80	60	32.9519	2.2478	36.1383	2.1535
Plan de experimentación		Semilla VCR			
		Replica			
T[°C]	P[kg/cm²]	I		II	
		%Rendimiento	Índice acidez	%Rendimiento	Índice acidez
60	50	33.0803	2.6575	32.5922	2.2267
60	60	33.3174	1.8187	33.6412	2.5740
80	50	32.7633	1.7353	32.6428	2.1312
80	60	32.7987	2.1012	32.8316	2.1837
Plan de experimentación		Semilla V.Blanca			
		Replica			
T[°C]	P[kg/cm²]	I		II	
		%Rendimiento	Índice acidez	%Rendimiento	Índice acidez
60	50	27.5597	1.1052	28.1738	0.9844
60	60	32.4266	1.1438	33.5400	0.9143
80	50	33.9145	1.2531	34.0720	1.0159
80	60	34.6791	1.0178	34.8482	0.9212
Plan de experimentación		Semilla Sogamoso			
		Replica			

T[°C]	P[kg/cm ²]	I		II	
		%Rendimiento	Índice acidez	%Rendimiento	Índice acidez
60	50	30.8522	1.3028	34.7568	1.4238
60	60	33.9563	1.4490	34.2926	1.3963
80	50	34.5691	1.3225	33.8207	1.1612
80	60	34.8776	1.3022	32.4386	1.1504

Anexo C. Descripción del proceso de extracción por prensado

Preparación de la semilla La semilla fue previamente calentada en horno eléctrico, durante un tiempo aproximado de 20 minutos, con el fin de facilitar la extracción y homogenizar el proceso. Este precalentamiento fue a 80°C, temperatura a la cual fue operada la prensa hidráulica eléctrica en la etapa de extracción.

Extracción La extracción por lotes en la prensa hidráulica eléctrica Berstorff se realizó con cargas de 120 g cada una del tipo de semilla seleccionada (variedad blanca), dispuestas en tela Drill Súper 8 dentro de un cilindro de extracción de 20 cm² de área aproximada y bajo condiciones de operación (temperatura de 80°C y la presión de 60kg/cm²) seleccionadas del análisis del diseño de experimentos, para un tiempo de 8 minutos. Transcurrido este tiempo se mide el volumen de aceite extraído y peso de torta de residuo.

El aceite producto de la extracción fue decantado usando un embudo de decantación durante 24 horas, separando residuos sólidos presentes como lo son restos de cáscaras y torta de extracción. Finalmente el proceso de filtración se realizó al vacío reduciendo la posible humidificación del aceite, utilizando una bomba Marca Rocker 600 operada a presión de 80 psi, un embudo Buchner y un matraz de kitasato.

Anexo D. Descripción del proceso de extracción por cocción en medio acuoso

Preparación de la semilla Para limpiar la materia prima, se retiraron impurezas de las semillas tales como cáscaras, palos y ramas, el proceso se realizó en batch con lotes de 16.5 Kg de semilla.

La carga total del lote se dividió en cuatro partes iguales de 4 kg aproximadamente para ser tostadas en una caldera, utilizando estufa industrial con parrilla en hierro fundido de 45X45 cm², fogón grande de doble quemador, quemadores en aluminio, con potencia de 65.000BTU\H (especificaciones del fabricante).

La semilla tostada se hizo pasar por un molino eléctrico de discos, su motor de 1.8 Hp y 220 V.

Extracción La extracción del aceite se llevó a cabo inicialmente con el proceso de cocción de la semilla molida. En un recipiente industrial de acero inoxidable de 50 cm de diámetro y volumen aproximado de 98 litros que contenía 20 litros de agua a 50°C aproximadamente se adiciono la carga total de semilla (16.5 kg) durante dos horas dejando hervir. Ya alcanzado el punto de ebullición de la mezcla se adicionaron dos litros de agua, homogenizando las fases. Transcurrida una hora, se retiró el recipiente de la fuente de energía (fogón de leña) y se separó la fase menos densa, en este caso el aceite de la fase acuosa. Esta separación se realizó manualmente con un recipiente cilíndrico de plástico de 15 cm de diámetro. El aceite extraído se depositó en un recipiente metálico (r1).

Después de retirar la mayor cantidad de aceite del proceso descrito anteriormente, se adicionaron 10 litros más de agua a la mezcla, dejando reposar por 15 minutos. Se procedió nuevamente a retirar la capa de aceite, esta vez un poco menos fraccionada con la fase acuosa, por lo que es necesario llevar esta extracción a un decantador artesanal. De esta manera después del reposo es retirada la fase

acuosa por la parte baja del decantador y recuperado el aceite que pasa a un segundo recipiente metálico (r2).

El aceite recuperado de la extracción por cocción acuosa de los recipientes r1 y r2, aun presentaba porcentajes de agua, los cuales fueron retirados por proceso de deshumidificación, se reunieron los dos contenidos y se llevaron a ebullición, esperando la evaporación del agua, que se evidenció por cambios físicos en el momento que la mezcla dejó de salpicar y el aceite cambio a un color más oscuro.

EL aceite extraído en su etapa final es filtrado en caliente, teniendo en cuenta que viene de un proceso a temperatura, a través de una tela fina como medio filtrante. De esta manera retirando residuos sólidos presentes. El aceite se dejó en reposo hasta temperatura ambiente y luego fue envasado.

Anexo E. Requisitos fisicoquímicos para aceite de castor puro grado USP.

Tabla E1. Requisitos para el aceite puro de castor.

Requisitos		Mínimo	Máximo
Color en escala lovinbond en unidades (amarillo + 5 rojo)		-	4.0
Densidad relativa a 25°C/25°C		0.957	0.961
Índice de refracción a 40°C		1.473	1.477
Humedad y sustancias volátiles, en porcentaje en masa		-	0.25
Ácidos grasos libres, en ml de NaOH/10 gde muestra		-	3.5
Viscosidad a 25° C, poises		6	8
Punto de inflamación °C		-	230
Valor hidroxilo		160	168
Índice de saponificación		176	182
Índice de acidez		-	6.963

Fuente: NTC 1529. Aceite puro de castor. Aceite de ricino para la industria de los cosméticos

Anexo F. Determinación de parámetros de calidad y condiciones especiales.

- **Densidad Relativa:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Colombiana ICONTEC NTC -336. Grasas y Aceites - Método de la determinación de la densidad (Masa por Volumen Convencional). Se utilizó un picnómetro calibrado de 2 ml y agua destilada como fluido de comparación.
- **Índice de Refracción y Grados Brix:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Colombiana ICONTEC NTC- 289. Grasas y Aceites – Método de determinación del Índice Refracción, con un refractómetro de Abbe Thermo Fischer Scientific.
- **Humedad y Sustancias Volátiles:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Colombiana ICONTEC NTC 287. Grasas y Aceites – Método de determinación del Contenido de Humedad y Materia Volátil. Se utilizó horno eléctrico a temperatura de 103 °C.
- **Ácidos Grasos Libres e Índice de Acidez:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Colombiana ICONTEC NTC 218. Grasas y Aceites - Método de determinación del Índice de Acidez y de la Acidez. Se usó solución de hidróxido de potasio 0.1647 N.
- **Valor de Hidroxilo:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Colombiana ICONTEC NTC 1529. Grasas y Aceites - (numeral 5.6) Método de Determinación del Índice de Hidroxilo. Se utilizó solución etanólica de hidróxido de potasio al 0.54 N y Piridina con pureza de 99.8 % (Merck).
- **Determinación del Índice de Saponificación:** Se realizó de acuerdo de al método de determinación descrito en la norma Colombiana ICONTEC NTC 335.

Grasas y Aceites – Método de determinación del Índice de Saponificación. Se utilizó solución de HCl de 1.0664.

- **Determinación de la Viscosidad:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Internacional ASTM D 2270. Standard Practice for Calculating Viscosity Index from Kinematic Viscosity at 40 °C and 100 °C.
- **Determinación del Punto de Inflamación:** Se efectuó de acuerdo a lo indicado en la norma Internacional ASTM D 92. Standard Test Method for Flash and Fire Points by Cleveland Open Cup Tester. Se utilizó el equipo Copa abierta de Cleveland.

Anexo G. Resultados diseño Factorial análisis de varianza de 2 factores.

Tabla G1. Análisis de varianza de dos factores (TP y TS) con una sola muestra por grupo, con variable respuesta IA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
TP	0.1364	3	0.0455	1.9879	0.16964	3.4903
TS	5.3882	4	1.3471	58.879	8.712E-08	3.2592
Error	0.2745	12	0.0229			
Total	5.7992	19				

Tabla G2. Análisis de varianza de dos factores (TP y TS) con una sola muestra por grupo, con variable respuesta R.

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
TP	11.0467	3	3.6822	1.6856	0.2228	3.4903
TS	86.1898	4	21.5474	9.8639	0.0009	3.2592
Error	26.2137	12	2.1845			
Total	123.4503	19				

Anexo H. Resultados análisis de varianza ANOVA de un solo factor.

Tabla H1. Análisis de varianza del factor TS con variable respuesta R

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	86.1898	4	21.5474	8.7	0.0008	3.0556
Dentro de los grupos	37.2605	15	2.4840			
Total	123.4503	19				

Tabla H2 .Análisis de varianza del factor TS con variable respuesta IA

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	5.3882	4	1.3471	49.2	1.9E-08	3.0556
Dentro de los grupos	0.4110	15	0.0274			
Total	5.7992	19				

Anexo I. Resultados comparaciones procedimiento de Tukey para el factor TS y variable respuesta R/ variable respuesta IA.

Tabla I1. Valores utilizados para el procedimiento de comparaciones múltiples de Tukey.

HSD=	3.443737742
multiplicador=	4.37
Mse=	2.484032411
n=	4

SEMILLA	MEDIA ARITMETICA
Oiba	32.6631
Curití	27.8540
VCR	32.9584
V.Blanca	32.4018
Sogamoso	33.6955

Donde

HSD: valor de W, diferencia honestamente significativa.

Multiplicador: valor de Q alfa de la tabla de valor críticos para la prueba de Tukey, este valor se obtiene con el número de grados de libertad donde las columnas corresponde al número de grupos para el caso de estudio es 5 que representa los tipos de semilla que se analizaron y las filas son los grados de libertad (15).El valor de alfa es 0.05.

MSe: cuadrado del error medio.

n: tamaño de cada uno de los grupos.

Tabla I2. Agrupación de comparaciones significativas y no significativas según procedimiento de Tukey.

	Oiba	Curití	VCR	V.Blanca	Sogamoso
Oiba		4.8091	0.2954	0.2613	1.032391593
Curití			5.1045	4.5478	5.841514729
VCR				0.5567	0.737040612
V.Blanca					1.293722104
Sogamoso					

Donde los valores subrayados en verde son mayores que HSD indicando que realmente existe diferencias entre ellos.

Tabla 13. Valores utilizados para el procedimiento de comparaciones múltiples de Tukey.

HSD	0.36167347	SEMILLA	MEDIA ARITMETICA
multiplicador	4.37	Oiba	2.3351
Mse	0.02739873	Curití	1.3042
n	4	VCR	2.1785
		V.Blanca	1.0445
		Sogamoso	1.3135

Tabla 14. Agrupación de comparaciones significativas y no significativas según procedimiento de Tukey.

	Oiba	Curití	VCR	V. Blanca	Sogamoso
Oiba		1.0309	0.1566	1.2906	1.0216
Curití			0.2597	0.2597	-0.0093
VCR				1.1341	0.8650
V. Blanca					-0.2691
Sogamoso					

Anexo J. Agrupación de datos por el método Tukey para selección del tipo de semilla.

Tabla J1 .Información agrupada utilizando el método de Tukey (izquierda) con relación al R, (derecha) con relación a IA

Semilla	Media %	Agrupación
Sogamoso	33.695	A
VCR	32.958	A
Oiba	32.663	A
v. Blanca	32.402	A
Curití	27.854	B

Semilla	Media	Agrupación
Oiba	2.3351	A*
VCR	2.1785	A*
Sogamoso	1.3135	B*
Curití	1.3042	B*
V.Blanca	1.0445	B*

La información agrupada utilizando el método de Tukey permite visualizar cuatro grupos identificados por las letras A, B, A* y B* donde las medias que no comparten una letra son significativamente diferentes. De esta manera se identificó el mejor tipo de semilla en rendimiento e índice de acidez, apoya en criterios expuestos en el desarrollo del proyecto.

Anexo K. Resultados rendimiento de los métodos de extracción.

Tabla k1. Rendimientos de métodos de extracción.

Método	EM			EC	
Replica	I	II	III	I	II
Peso lote [g]	120.39	120.38	120.4	16500	17000
CA [ml]	45.5	45.4	45.5	6250	6000
ρ [g/ml]	0.9621	0.9622	0.9495	0.9592	0.9561
%R	36.3612	36.2883	35.8839	36.3348	33.7464
prom %R	36.1778			35.0406	

Otros métodos analizados en diferentes regiones han evidenciado que los rendimientos promedios de extracción sólido-líquido Soxhlet oscilan alrededor de un 47% [22, 23, 24] que en comparación a los métodos de extracción libre de solvente son superiores, rendimientos más altos pero que implican uso de solventes y reactivos en mayor proporción para posteriores procesos de refinación y la posible recuperación de subproductos (solvente) [25].

Anexo L. Registro fotográfico.

Recepción de semilla

	
Planta de higuera (Curiti, Santander)	Descascarado de semilla de higuera

Extracción en prensa hidráulica eléctrica

		
lotes para extracción (120 g)	Pre calentamiento semillas	Control de temperatura de la prensa
		
Control de presión de la prensa	Prensa Berstoff	Cilindro de extracción de la prensa

		
Montaje cilindro-prensa	Residuo de la extracción	Aceite obtenido de la extracción
		
Medición del volumen de aceite	Envase del aceite extraído	Filtrado al vacío

Extracción por cocción en medio acuoso

		
Pesaje semilla	Tostado de semillas	Molienda semilla
		
Deshumidificación y filtración del aceite		Aceite obtenido

Caracterización del aceite obtenido

		
<p>Punto de inflamación (laboratorio de fluidos Escuela de Ingeniería de petróleos)</p>	<p>Índice de saponificación (laboratorio de procesos IQ)</p>	<p>Índice de acidez (laboratorio de procesos IQ)</p>
		
<p>Índice de refracción y grados Brix (laboratorio de procesos IQ)</p>	<p>Densidad (laboratorio de procesos de IQ)</p>	