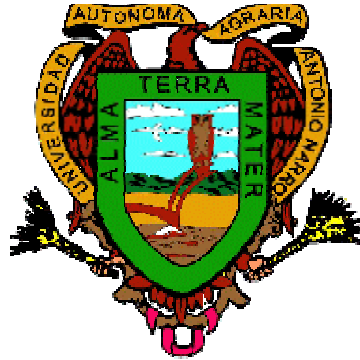


**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA
“ ANTONIO NARRO”**

DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL



**EXTRACCIÓN Y PURIFICACIÓN DE ACEITE A PARTIR DE SEMILLA
DE CALABACILLA LOCA (*Cucurbita foetidissima*) PARA SU
APLICACIÓN EN LA INDUSTRIA ALIMENTARÍA**

T E S I S

**Presentada como Requisito Parcial para
obtener el Título de:**

**INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE
ALIMENTOS**

**Presenta:
ALEXANDER CALVO GRAJALES**

BUENAVISTA SALTILLO COAH. MÉXICO

ABRIL DE 2003

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA “ANTONIO NARRO”
DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL.
DEPARTAMENTO DE NUTRICIÓN Y ALIMENTOS.**

**Extracción y Purificación de Aceite a partir de Semilla de Calabacilla
Loca (*Cucurbita foetidissima*) para su Aplicación en la Industria
Alimentaria**

POR :

ALEXANDER CALVO GRAJALES

T E S I S

**Que se somete a la consideración del H. Jurado Examinador como Requisitos
Parcial para Obtener el Título de:**

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

APROBADA

**M.C. María Hernández.
González
Presidente**

**M.C. Miguel Ángel Santana
Martínez
Sinodal**

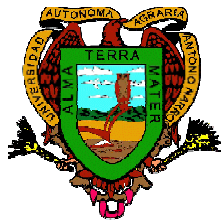
**M.C. XOCHILT RUELAS CHACÓN.
Sinodal**

**LIC. LAURA FUENTES LARA
Sinodal**

**ING. José Rodolfo Peña Oranday.
Coordinador de la División de Ciencia Animal.**

BUENAVISTA, SALTILLO, COAHUILA.

ABRIL DEL 2003



El presente trabajo de investigación: **Extracción y Purificación de Aceite a partir de Semilla de Calabacilla Loca (*Cucurbita foetidissima*) para su Aplicación en la Industria Alimentaria**. Se llevó acabo en colaboración entre la Universidad Autónoma de Coahuila y la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

El proyecto fue dirigido por el siguiente comité:

M.C. Maria Hernández González UAAAN. _____

M.C. Miguel Ángel Santana Martínez U.A de C. _____

M.C. Xochitl Ruelas Chacón UAAAN. _____

Lic. Laura Olivia Fuentes Lara UAAAN. _____

Buenavista, Saltillo, Coahuila, Abril 2003

AGRADECIMIENTOS

A mi **Alma Terra Mater** por haberme formado como un ingeniero.

Al **M.C Miguel Ángel Santana Martínez** por brindarme la oportunidad de ver finiquitado mi anhelo de superación así como la valiosa enseñanza y consejos.

Al **M.C Maria Hernández González** por la paciencia y la esperanza en mi depositada, pero sobre todo por brindarme su amistad y cariño.

Al **M.C Xochilt Ruelas Chacón** por su importante colaboración en la realización de este trabajo.

Al **M.C. Antonio Aguilera Carbo**, por brindarme la oportunidad de terminar una de las mis metas y sobre todo por la valiosa confianza en mi depositada.

A la **Lic. Laura Fuentes Lara** haberme brindado la oportunidad de culminar mi investigación y sobretodo por darme su amistad y confianza.

A mis **compañeros de la UAAAN** por todos aquellos momentos compartidos.

A mis **Profesores**, por haberme enseñado y formado como un ingeniero en ciencia y tecnología de alimentos.

A el **T.L.Q. Carlos Alberto Arévalos Sammiguel** por su apoyo y amistad brindada en el laboratorio.

A la **T.L.Q. Maria de Jesús Sánchez Velásquez**, por su gran ayuda y amistad que me brindó.

DEDICATORIAS

A **DIOS** por estar siempre a mi lado enseñándome la mas grande y única sabiduría y por haberme permitido culminar uno de mis tantos sueños.

A mis padres **Maria del Rosario y Elin** gracias por haberme dado la vida, podría escribir un sin fin de líneas, y nunca terminaría de expresar la inmensa felicidad que me han dado en esta etapa de mi vida, por todo esto gracias por ser mis Papas.

A mis hermanos (**Magdeli, Alfonso y Rubinoy**) por sus importante lugar dentro de mi ser, por todas aquellas cosas tristes y alegres que hemos compartido, No espero ser un ejemplo para ustedes por que único ejemplo es Dios, sino ser un apoyo incondicional.

A **Hugo, Paco Dávila, Imir Monje, Yesica, Cristina**, por ser como un hermano y por contribuir en la formación como profesional.

A **Gloria Ester Díaz** por impulsarme a alcanzar este sueño .

A **Carolina Gutiérrez** por formar parte importante en mi vida y por enseñarme lo bello que es el amor.

A la **Dr.Maria de Lourdes Morales Caballero** por ser como una segunda madre a ella mil gracias por todo su apoyo y cariño brindado.

A mi familia de la Narro, **Hugo, Alvaro, Mariano, Robertoni, Marco Antonio, Carlos, Juan Carlos, etc.** a todos ellos por la los momentos compartido y sobre todo por la gran ayuda brindad.

A la **Familia Lopez Grajales**, por enseñarme el camino de la verdad y por parte importante en mi vida.

A la Familia González Sánchez, Familia Coutiño Toala, Familia Saldaña Pinacho, Familia Gordillo Calvo, Familia Gutiérrez Santiago, Familia Grajales Durante, Familia Hernández Calvo, Familia Calvo Ruiz, Familia Velásquez Calvo, Familia Estrada Moreno, Familia Nolasco López. A la Familia Pereira Grajales, Familia Grajales Velásquez, Familia Pinacho Zarasua, Familia Alarcón López, Familia Ventura Alarcón; a todos ellos mil gracias por formar parte de mi vida y sobretodo por haber contribuido en logros de mi más preciado sueño. Por todo esto mil gracias y que DIOS los bendiga.

A todos aquellas personas que se hayan olvidado y que forman parte de mi vida a todos ellos gracias.

INDICE DE CONTENIDO

	Páginas
Agradecimiento	iii
Dedicatoria	iv
Índice de Tablas	x
Índice de Figuras	xii
Índice de graficas	xiii
Abreviaturas	xiv
Resumen	xv
Introducción	1
Capítulo 1	4
1.1 Hipótesis	4
1.2 Objetivos generales.....	4
1.3 Objetivos específicos.....	4
Capítulo 2	5
2.1 Características generales.....	5
2.2 Clasificación taxonómica	5
2.3 Descripción morfológica	6
2.4 Origen y distribución.....	9
2.5 Potencial alimenticio y/o industrial	10
2.5 Importancia económica como cultivo	11
2.6 Fuentes de extracción de aceites vegetales.....	12
2.7 Contenido medio de aceite en la fuentes utilizadas comercialmente.....	13
2.8 Métodos de extracción de aceite vegetal.....	13
2.8.1 Extracción mediante métodos físicos.....	14
2.8.2 Extracción por arrastre de vapor.....	14
2.8.3 Extracción y refinado de aceite comestibles por método físico y químico.....	15
2.8.3.1 Refinado del aceite.....	16
2.9 Clasificación de los ácidos grasos.....	17
2.9.1 Lípidos simples	17
2.9.2 Lípidos compuestos	17
2.9.3 Lípidos compuestos asociados	18
2.10 Ácidos grasos más comunes en los vegetales.....	19
2.11 Los aceites vegetales	20
2.12 Ácidos grasos esenciales (AGES) en el cuerpo humano.....	22
2.13 Uso de las grasas y de los aceites en la alimentación	24
2.13.1 Aceite de cocina	24
2.13.2 Aceite para ensalada	25
2.14 Antioxidantes	26
2.15 Característica de algunos tipos de aceites	27
2.15.1 Aceite de algodón	27
2.15.2 Aceite de germen de maíz.....	27
2.15.3 Aceite de girasol	28
2.15.4 Aceite de soya	28
2.15.5 Aceite de cacahuete	28

2.15.6 Aceite de colza.....	29
2.15.7 Aceite de linaza.....	29
Capitulo 3	30
3.0 Materiales y métodos	30
3.1 Etapa 1: Primera recolección de los frutos.....	33
3.1.1 Recolección de los frutos.....	33
3.1.2 Extracción y conteo de las semillas.....	33
3.1.3 Características físico –químicas.....	34
3.2 Etapa 2: Segunda etapa extracción de aceites con dos tipos de solventes.....	34
3.2.1 Extracción de aceite por método Soxhlet.....	34
3.2.2 Primer extracción con hexano y éter de petróleo.....	34
3.2.3 Segundo extracción con hexano y éter de petróleo.....	34
3.2.4 Tercera extracción con hexano.....	35
3.2.5 Proceso de lavado de la semilla molida de la calabacilla loca y cuantificación de cloro.....	35
3.2.6 Extracción de aceite del polvo de calabacilla loca, previamente tratada con procesos de lavados.	37
3.2.7 Determinación de el índice de acidez.....	37
3.3 Etapa 3. Segunda recolección de frutos.....	37
3.3.1 Recolección de la materia prima.....	37
3.3.2 Extracción de las semilla de forma manual.....	38
3.3.3 Método mecánico o a presión.....	38
3.3.4 secado por medio de una estufa a 105° C.....	38
3.4 Etapa 4. Análisis del tamaño de partícula optima.....	39
3.4.1 Determinación de la densidad de la semilla.....	39
3.4.2 Reducción de tamaño de partícula en molino cerámico.....	39
3.4.3 Reducción de tamaño de partícula con el molino tubular	40
3.4.4 Reducción de partícula con el molino de cuchilla Willey.....	40
3.5 Etapa 5. extracción a nivel laboratorio.....	41
3.5.1 Primer experimento a nivel micro escala (método Soxhlet)	41
3.5.2 Extracción de aceite método Soxhlet.....	42
3.5.2.1 Material y equipo	42
3.5.2.2 Diagrama de flujo de extracción método soxhlet.....	43
3.5.3 Segundo experimento a nivel laboratorio.....	44
3.5.4 Tercer experimento.....	44
3.5.5 Determinación del índice de acidez.....	44
3.5.6 Proceso de refinado del aceite de calabacilla loca.....	45
3.5.6.1 Procedimiento	45
3.5.7 Espectrometría del aceite de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	46
3.6 Etapa 6. Extracción a nivel planta piloto.....	46
3.6.1 Escalamiento a nivel planta piloto.....	46
3.6.2 Primera extracción relación 1:20.....	47
3.6.3 Segunda extracción relación 1:10.....	47
3.6.4 Tercera extracción relación 1:5.....	47
3.6.5 Separación del sistema micelar.....	48
3.6.6 Determinación de la densidad del aceite crudo.....	48
3.6.7 Proceso de refinamiento del aceite a nivel escala planta piloto.....	49

3.6.7.1 Material y equipo.....	49
3.6.7.2 Reactivos.....	49
3.6.7.3 Procedimiento.....	49
3.6.8 Determinación de densidad del aceite refinado.....	50
3.6.9 Proceso de decoloración y blanqueo.....	50
3.6.9.1 Procedimiento.....	50
3.6.10 Análisis del aceite refinado.....	51
3.7 Etapa 7. Degradación del aceite.....	51
3.7.1 Tratamiento de las papas.....	51
3.7.2 Degradación del aceite de la calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	52
3.7.2.1 Primera degradación del aceite de calabacilla loca.....	52
3.7.2.2 Segunda degradación.....	52
3.7.3 Papas para realizar la evaluación sensorial.....	52
3.8 Etapa 8. Pruebas de aceptación de las frituras.....	53
3.8.1 Evaluación sensorial.....	53
3.8.1.1 Una prueba triangular y prueba de aceptación.....	53
3.8.1.2 El formato para la evaluación sensorial.....	54
3.8.1.3 Pasos para realizar la evaluación.....	55
Capítulo 4.....	56
4.0 Resultados y discusiones.....	56
4.1 Etapa 1. Primera recolección de los frutos.....	56
4.1.1 Extracción de semilla de los frutos recolectados en el norte (Saltillo)	56
4.1.2 Extracción de las semillas de los frutos recolectados en el sur (Chiapas)	57
4.1.3 Comparación de la semilla del norte con la semilla del sur	58
4.1.4 Caracterización físico química de la calabacilla loca.....	60
4.2 Etapa 2. Extracción de aceites con dos tipos de solventes.....	61
4.2.1 Primera extracción con éter de petróleo y hexano.....	61
4.2.2 Segunda extracción con éter de petróleo y hexano.....	62
4.2.3 Tercera extracción.....	63
4.2.4 Extracción de aceite crudo de la calabacilla recolectada en el estado de Chiapas.....	64
4.2.5 Extracción de cloruros en la semilla de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	66
4.2.5.1 Determinación de cloruros de lavados de la semilla del norte (Saltillo)	67
4.2.5.2 Extracción de aceite crudo de la semilla tratada con procesos de lavado con agua corriente.....	68
4.2.6 Determinación del índice de acidez.....	69
4.3 Etapa 3. Segunda recolección de frutos.....	70
4.3.1 Métodos de extracción y secado de la semilla.....	70
4.4 Etapa 4. Análisis del tamaño de partícula óptima.....	71
4.4.1 Determinación de la densidad de la semilla.....	71
4.4.2 Análisis granulométrico.....	71
4.4.2.1 Análisis granulométrico de la reducción de partícula en el molino cerámico.....	71
4.4.2.1.1 Representación grafica de las moliendas con molino cerámico..	74

4.4.2.2	Proceso de reducción de partícula de la calabacilla loca en un molino tubular.....	75
4.4.2.3	Determinación de tiempo de molienda en molino Willey malla de descarga 2 mm.....	77
4.4.2.4	Representación grafica de la reducción de partícula por molienda con molino Willey.....	79
4.4.2.5	Segunda reducción tamaño de partícula con el molino Willey con malla de descarga 2.5 mm ² y 4mm ²	82
4.5	Etapa 5: Extracción a nivel laboratorio.....	83
4.5.1	Determinación del tiempo optimo de extracción.....	83
4.5.1.1	Primera extracción de aceite de calabacilla loca.....	83
4.5.1.2	Segunda extracción de aceite de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	85
4.5.1.3	Tercera extracción a nivel laboratorio usando un molino Willey con una malla de 2.5 mm ²	85
4.5.1.3.1	Las relaciones usadas en este experimento son:	86
4.5.2	Índice de acidez del aceite obtenido en las extracciones.....	86
4.5.3	Refinado a nivel laboratorio.....	87
4.5.4	IR por espectroscopia infrarroja por ATR (Refractancia total atenuada) del aceite refinado de calabacilla loca.	88
4.6	Etapa 6: Extracción a nivel planta piloto.....	96
4.6.1	Extracción de aceite crudo a nivel planta piloto.....	96
4.6.2	Determinación de la densidad del aceite crudo y del aceite refinado.....	97
4.6.3	Proceso de refinamiento del aceite a nivel escala planta piloto.....	98
4.6.4	Proceso de decoloración y blanqueo.....	98
4.6.5	Proceso de refinamiento de aceite con NaOH.....	99
4.6.6	Análisis de calidad del aceite refinado de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	100
4.7	Etapa 7. Degradación del aceite.....	101
4.7.1	Degradación del aceite refinado de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>)	101
4.7.1.1	Primera degradación del aceite de calabacilla loca.....	101
4.7.1.2	Segunda degradación del aceite de calabacilla loca.....	102
4.8	Etapa 8. Pruebas de aceptación de las frituras.....	107
4.8.1	Evaluación sensoria del aceite de calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>).	107
4.8.1.1	Prueba triangular.....	107
4.8.1.2	Prueba de preferencia.....	108
4.9	Escalamiento industrial.....	110
	Capitulo 5	111
	5.1 CONCLUSIONES	111
	Capitulo 6	113
	6.1 RECOMENDACIONES.....	113
	Capitulo 7	114
	7.1 REFERENCIA BIBLIOGRÁFICA	114
	
	APÉNDICE I	119

INDICE DE TABLAS

Tabla		Página
1	Clasificación Taxonómica de la calabacilla loca.....	5
2	Principales fuentes de aceites	12
3	Contenido medio de aceite de algunas semillas.....	13
4	Ácidos grasos mas comunes en los aceites vegetales.....	19
5	Análisis de comparación de media método Tukey (semilla norte)	56
6	Análisis de comparación de media de la semilla recolectada en Chiapas método Tukey ($p < 0.05$).....	57
7	Resultados del análisis de comparación de medias de la semilla del norte contra la del sur por distribución t destudent.....	58
8	Resultados de la comparación de medias de la tabla 7 para cada variable estudiada.....	59
9	Caracterización físico-química de la calabacilla loca (<i>Cucúrbita foetidissima</i>).....	60
10	Extracción de aceite a nivel laboratorio, utilizando dos tipos de solventes (hexano y éter de petróleo).....	61
11	Porcentaje de aceite crudo obtenido con hexano y éter de petróleo	63
12	Porcentaje de aceite crudo extraído con hexano.....	64
13	Porcentaje de aceite crudo de semilla de Chiapas , extraída con hexano.....	65
14	Comparación de media de la extracción Norte y extracción Sur.....	65
15	Miliequivalentes por litro de cloruro en el agua de lavado.....	67
16	Porcentaje de aceite crudo extraído de la semilla tratada con agua corriente.....	68
17	Índice de acidez de la extracción con hexano, éter de petróleo y con tratamiento con agua.....	69
18	Densidad de la semilla de calabacilla loca en dos tipos de balanzas.....	71
19	Análisis granulométrico de 100 gramos de muestra molida con molino cerámico.....	72
20	Análisis granulométrico de la molienda con molino cerámico (carga bola cerámica 2800 gramos).....	73
21	Análisis de 100 gramos de muestra, de la molienda en el molino cerámico con carga de 4200 gramos	73
22	Análisis granulométrico de 100 gramos de muestra de la molienda con molino metálico	76
23	Resultados del tiempo óptimo de extracción con relaciones (1:20, 1:10, 1:5).....	84
24	Extracción de aceite crudo con hexano relación (1:30, 1:20, 1:15)	85
25	Extracción de aceite crudo de calabacilla loca con relaciones (1:20, 1:10, 1:5).....	86
26	Índice de acidez del aceite extraído	87

27	Refinado de aceite de la calabacilla loca.....	87
28	Resultados de extracción de aceite a nivel planta piloto a diferentes relaciones.....	96
29	Densidad de aceite crudo y refinado	97
30	Análisis de calidad de la aceite de calabacilla loca	100
31	Degradación del aceite de calabacilla loca durante 3 horas a (180° C).....	102
32	Degradación de aceite de la calabacilla loca durante 2 horas a (180° C).....	103
33	Resultados de la degradación de cada uno de los aceites utilizados para la comparación.....	104

ÍNDICE DE FIGURA

		Página
Figura	1 Sistema por arrastre de vapor.....	15
Figura	2 Diagrama de flujo de proceso de lavado de la semilla de calabacilla loca	36
Figura	3 Diagrama de flujo de extracción método Soxhlet.....	43
Figura	4 Espectrómetro FT –IR NICOLET 550.....	46
Figura	5 Cubículo para evaluación sensorial.....	55
Figura	6 Curva de tiempos de molienda de 100 gramos de muestra tiempos (1'30",2'30", 3', 4', 5').....	78
Figura	a Curva granulométrica molienda en molino Willey.....	81
Figura	b Curva granulométrica molienda en molino Willey.....	81
Figura	c Curva granulométrica molino Willey.....	81
Figura	A Espectroscopia infrarroja por ATR (reflectancia total atenuada) aceite de calabacilla loca (<i>Curcubita foetidissima</i>), (a) aceite sin blanquear y (b) aceite tratado.....	90
Figura	B Espectros de espectroscopia infrarrojo por ATR	91
Figura	C IR espectro inarrojo ácido oleico (NIST chemistry webbook).	92
Figura	D IR espectro inarrojo ácido linoleico (NIST chemistry .webbook).....	93
Figura	E IR espectro inarrojo ácido estearico (NIST chemistry webbook).....	94
Figura	F IR espectro infrarrojo ácido palmítico	95

ÍNDICE DE GRÁFICAS

Gráfico	I	Curva granulométrica molienda en molino cerámico con carga (1400 gramos).....	74
Gráfico	II	Curva granulométrica de molienda en molino cerámico con carga de 2800 gramos.....	74
Gráfico	III	Curva granulométrica de molienda en molino cerámico con carga de 4200 gramos.....	74
Gráfico	IV	Granulometría de molienda en molino metálico con carga de 2800 gramos.....	76
Gráfico	V	Curva granulométrica de molienda con molino Willey.....	82
Gráfico	VI	Curva granulométrica de molienda con molino Willey con malla 3mm.....	82
Gráfico	VII	Curva granulométrica de molienda en molino Willey con malla 4 mm ²	82
Gráfico	1	Degradación de aceite con T (108° C) y H(75%)Papa (índice de acidez).....	105
Gráfico	2	Degradación de aceite con T (108° C) y H(75%)Papa (índice de peroxido).....	105

ABREVIACIONES

Cc	Con carga
W.Ob	Peso observado
% Ob.	Por ciento observado
% Corr	Por ciento corregido
% Lib.	Por ciento liberado
Mc	Molienda con carga
% moli	Por ciento molido
% Nmoli.	Por ciento no molido
Mm	Molienda con malla
mmc.	Milímetros cuadrados
CL	Calabacilla loca
Cart.	Cartamo
AoP	Aceite oliva y palma
AcS	Aceite canoloa y soya
Ac	Aceite de canola

RESUMEN.

El presente trabajo a sido desarrollado para evaluar el potencial de la calabacilla loca como fuente de aceite vegetal, comparando muestras tomadas de dos regiones muy diferentes, Norte (Coahuila) y Sur de México (Chiapas).

Para la extracción de la semilla de la calabacilla loca se usaron dos métodos: manual y mecánico; siendo el más adecuado el mecánico, ya que es menos laborioso, más rápido y proporciona mejores rendimientos. Así mismo se probaron dos tipos de secado para las semillas: solar y deshidratación en estufa, en el cual el solar dio mejores resultados ya que la semilla se desprendía con mayor facilidad y conservaba mejor sus características físico – químicas.

En el laboratorio, se practicaron extracciones de aceite a partir de la semilla, con un tamaño de partícula de 2 mm, y usando dos tipos de solventes hexano y éter de petróleo, por el método Soxhlet. Los porcentajes de aceite obtenidos no mostraron diferencias significativas entre ellos, por lo tanto se eligió al hexano considerando sus propiedades químicas y por ser significativamente más económico.

A la semilla se le practicó un proceso de lavado para evaluar el por ciento de cloro y lograr la eliminación de impurezas presente en la semilla. El proceso de lavado se realizó sobre semilla molida, aplicando una relación de 1:3 por cada lavado y tomándose una muestra, posteriormente fue secada en estufa a 50° C a 65° C durante 12 horas. La harina lavada se sometió a una extracción de aceite por el método Soxhlet.

Se observó que el aceite obtenido después del lavado presentó un color amarillo claro y un índice de acidez mucho menor que el aceite de la extracción sin lavados, debido a la presencia de cloro no eliminado en la semilla. Los anteriores estudios se realizaron en el Laboratorio de Nutrición y Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

Para determinar el tamaño de partícula óptima se realizaron moliendas en tres tipos de molinos: molino Cerámico, Tubular y Willey de cuchilla. En donde el molino Willey demostró ser el único capaz de reducir el tamaño de partícula, usándose una malla 2.5 y 3 mm.

Se realizaron varias series de extracciones a nivel laboratorio con relaciones de soluto – solvente de: 1:20, 1:10, 1:5, 1:30, 1:20, 1:15 y tiempos de contacto de 10 y 5 minutos a una temperatura de 70 a 80° C. Siendo la relación de 1:20 la más apropiada y el tiempo de extracción fue menor a 10 minutos, teniendo la semilla en contacto directo con el solvente en cama fija.

Se realizó un proceso de refinado a nivel laboratorio de 5 y 10 gramos de aceite crudo de calabacilla loca. El proceso de refinado se hizo en base al ácido graso presente en mayor porcentaje para establecer la relación aceite-sosa (se usó NaOH, ya que dio mejor color que con KOH) a utilizar.

Los resultados del proceso de refinado del aceite mostraron que el aceite crudo, después de un proceso de refinado, se reduce un 60 %, el cual es de color amarillo claro, y después de un proceso de blanqueado, utilizando carbón activado al 7%, el aceite presenta un color sumamente claro con una merma del 5%.

Posteriormente se practicó un análisis por espectroscopia infrarrojo por ATR, por medio del cual es posible observar que no hay presencia de compuestos extraños y además, que el aceite está constituido por una mezcla de ácidos grasos: palmítico, estearico, linoleico y oleico, siendo este último el que presenta mayor similitud con el IR practicado al aceite de calabacilla loca.

En la extracción a nivel planta piloto se probaron 2 métodos de extracción:

El primer método fue el de extracción sólido-líquido, usando como disolvente hexano el cual presenta un inconveniente con el hexano que queda como residuo.

El segundo método probado fue el del arrastre por vapor que no fue posible la extracción del aceite de la calabacilla por tener una densidad muy cercana a la del agua. Con el aceite extraído se realizaron dos procesos de degradación de aceite en un proceso de fritura de papa "alfa". La papa presentó un contenido de humedad del 75% a una temperatura de 180° C. La primera degradación duró 3 horas y la segunda 2 hs., y se realizaron análisis para determinar su comportamiento. Los resultados fueron comparados con otros aceites tratados bajo las mismas condiciones, los cuales indicaron que el aceite es apto para llevar a cabo este proceso, aun sin la adición de antioxidantes en comparación con los otros aceites comúnmente usados para dichos fines.

Se realizó una evaluación sensorial utilizando las papas fritas obtenidas mediante el proceso anterior usando dos tipos de aceites, el aceite de calabacilla loca y un aceite de canola (comercial). Se aplicaron pruebas de preferencia y aceptación por consumidores, en las cuales los jueces no fueron capaces de identificar diferencia alguna.

INTRODUCCIÓN

La calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) es una especie silvestre y perenne que se encuentra creciendo en forma natural en las zonas áridas y semiáridas de nuestro país y el sur de los Estados Unidos. Las semillas de esta planta son ricas en aceites y proteína, poseen además un alto contenido de almidón en su raíz, así como un alto rendimiento de follaje, el cual puede ser utilizado como forraje (una vez eliminadas las cucurbitinas y las sapogeninas que le dan un el sabor amargo). Las anteriores características hacen de esta planta una factible fuente de alimentos o de productos industrializables.

La calabacilla loca ha sido estudiada por diversos investigadores quienes la consideran como un cultivo de amplio potencial agroindustrial; tales como los realizados por Curtis en (1946), quien reporta 33% de aceite con rangos que (varían de 25 a 42.8%) y un 34% de proteína con rangos que (varían de 22.2 a 32.1%) en sus semillas y de un 50 a 60% de almidón en base a peso seco de las raíces, las cuales proporcionan un alto contenido calórico y proteico.

Bemis et al. (1975,1978) y Berry et al. (1974) comparten las mismas opiniones que Curtis (1946).

Los aceites y grasas comestibles; son los productos de origen vegetal o animal cuyos constituyentes principales son glicéridos naturales de los ácidos grasos, y conteniendo como componentes menores, otros líquidos. La denominación genérica de aceites se aplicará a los productos grasos líquidos a la temperatura de 20 grados centígrados.

Los aceites vegetales están formados por ácidos grasos insaturados, o bien con un porcentaje de saturados los aceites y grasas, son las principales fuentes de energía para el cuerpo ya que aportan 9 kcal.

Los aceites son productos indispensables en el hogar, adicionan características suaves a los alimentos, sabor y textura. Según la FAO, en el mundo los principales países consumidores de aceites son los países desarrollados, los países en vía de desarrollo empiezan con el consumo de los mismos.

El aceite vegetal es un líquido graso extraído generalmente de las semillas de algunas plantas. Las presentaciones que estos productos ofrecen en el mercado son aceite vegetal comestible puro y combinado.

El aceite comestible puro es el que se obtiene de un solo tipo de planta y cuando se trata de una mezcla de aceites, el producto se denomina aceite vegetal comestible.

Aunque existe una gran variedad de plantas de las que se extrae el aceite vegetal, las principales son el cártamo, maíz, ajonjolí, girasol, algodón, soya, oliva y canola. Estos productos se utilizan para cocinar, fabricar margarinas y otras comidas preparadas, así como también en la elaboración de productos no alimentarios, como por ejemplo jabones, cosméticos, fármacos e incluso pinturas. Los lípidos (aceites, grasas, colesterol), junto con las proteínas, los carbohidratos y el agua, se clasifican como macronutrientes (componentes que conforman el grueso de la dieta humana). Los nuevos progresos en la producción de aceite aportarán grandes ventajas a los agricultores y muchos beneficios a los consumidores.

A pesar de que los aceites son líquidos a temperatura ambiente y las grasas son sólidas, se trata de productos similares en casi todos los demás aspectos. Ambos contienen ácidos grasos que varían según la longitud de sus cadenas carbónicas y el grado de saturación.

Este último aspecto permite distinguir entre grasas saturadas y no saturadas. La longitud de la cadena y el grado de saturación influyen en el punto de fusión. Los aceites vegetales tienden a contener más ácidos grasos no saturados que los aceites animales, y en consecuencia son líquidos a temperatura ambiente, al contrario que las grasas animales. No obstante, las plantas producen ácidos grasos con una amplia variedad de longitudes de cadenas y de grados de saturación. Cada combinación deriva en diferentes propiedades y, por lo tanto, distintas funciones del aceite.

De acuerdo a todo esto la presente investigación va encaminada a la búsqueda de nuevas fuentes de aceites baratas de buena calidad y que generen nuevas fuentes de empleo, además del aprovechamiento de muchas zonas o suelos pobres en nutrientes, que han dejado de producir, implementando el cultivo de la calabacilla loca.

En base a lo anterior en el presente trabajo de investigación se plantea de la siguiente manera:

CAPITULO 1

1.1 HIPÓTESIS

La calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) por su contenido en aceite, es una fuente potencial de aceite comestible a nivel industrial.

1.2 OBJETIVO GENERAL

Extraer el aceite de la calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*), para caracterizar de sus propiedades físico- químicas y su evaluación sensorial, así como su composición contra aceites comerciales comúnmente empleados en la industria de frituras, empleando técnicas para detectar grados de degradación.

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Evaluar los diferentes métodos de extracción de semilla de la calabacilla loca.
- Determinar el solvente a utilizar en la extracción del aceite crudo.
- Determinar el tamaño de partícula óptimo para llevar acabo la máxima extracción de aceite en diferentes equipos.
- Determinar la importancia del proceso de lavado de la semilla antes de la extracción del aceite y comparar contra una harina no lavada.
- Evaluar la composición del aceite de calabacilla loca
- Evaluar la estabilidad del aceite refinado sin antioxidantes de calabacilla loca en un proceso de fritura y comparar con otros aceites vegetales existentes.
- Evaluar las propiedades sensorial de los productos fritos con aceites de calabacilla loca para determinar su aceptación por el consumidor.

CAPITULO 2

REVISIÓN DE LITERATURA

2.1 Características generales de la planta

La calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) se conoce también con los nombres comunes de: calabacilla, calabaza búfalo, chilicayote, calabacilla amarga o apestosa, chichicallotli, ayozotic, calabaza missoury (Stevenson 1948, Bemis y Whitaker, 1969). El nombre de *Cucurbita foetidissima* otorgada a esta planta fue propuesto por Humbolt, Bonpland y Kunth en 1817. Esta misma planta fue descrita en 1825 por Seringe como *Cucurbita foetidissima kunth*. Sin embargo, esta especie fue nombrada equivocadamente *Cucumis perennis* por James en 1820. También se le dio el nombre de *Pepo foetidissima Britt*, posteriormente, Asa Gray en 1852 transfirió el nombre de *Cucumis perennis* a *Cucurbita perennis* y con este nombre permaneció hasta 1881 cuando Cogniaux redescubrió el nombre de *Cucurbita foetidissima* propuesto por Humboldt, Bonpland y Kunth (Bailey, 1943).

2.2 Clasificación taxonómica:

Clase:	Angiosperma
Subclase:	Dicotiledónea
Orden:	Cucurbitales
Familia:	Cucurbitaceae
Tribu:	Cucurbitineae
Genero:	Cucurbita
Especie:	Foetidissima

Tabla 1 Clasificación Taxonómica de la calabacilla loca.

2.3 Descripción morfológica.

La calabacilla loca ha sido descrita por varios autores entre ellos: Dittmer y Talley (1964), Shreve y Wiggins (1964), ellos la describen como: una planta perenne, herbácea, tosca y áspera al tacto, crece durante los meses de abril a octubre en México, posee numerosos tallos (guías) rastreros de 4-6 m de longitud cuando las condiciones son propicias, estos son débiles, delgados y escabrosos, nacen de una raíz principal extendiéndose a todos los lados en forma circular, la mayoría de ellos producen ramificaciones secundarias las cuales también producen frutos.

La raíz principal es de considerable tamaño por lo que posee gran capacidad de almacenamiento de reservas, es pivotante (napiforme) y en algunos casos con ramificaciones horizontales. El peso de esta raíz es variable, habiéndose reportado pesos frescos de 72 Kg (Dittmer y Talley, 1964), 45 Kg para una raíz de 3 años de crecimiento (Berry et al. 1978 y Bemis et al. 1978) ; sin embargo , Whitaker y Bemis (1975) encontraron una raíz de 30 Kg de la misma edad. Las anteriores diferencias en crecimiento y peso se atribuyen particularmente a la textura, profundidad y humedad del suelo.

Las hojas son típicamente enteras, lanceoladas-trianguulares de 10 a 13 cm de base y 20-30 cm de largo, dispuestas individualmente a lo largo de los tallos, las cuales nacen de los nudos en forma alternada cuyo espaciamiento es de 10 a 20 cm aproximadamente, son de color verde grisáceo pubescente en el haz y escabrosa en el envés, con tricomas cónicos a lo largo de las venas. Presentan peciolo gruesos y escabrosos; zarcillos gruesos y cortos enrollados sobre tallos y peciolo.

Las flores son monoicas unisexuales (masculinas y femeninas) sobre las mismas planta, gamopétala de color amarillo anaranjado, de 10-12 cm de longitud, emergen individualmente al igual que las hojas de los nudos de las guías, y se insertan a éstas por pedúnculos cortos.

La mayoría de las plantas en condiciones silvestres son monóicas (sexos separados en la misma planta) siendo por lo general tanto las primeras como la mayoría de las flores al termino de la floración, presentándose por lo tanto, un bajo porcentaje de flores femeninas que son las que dan origen al fruto.

La polinización entre flores es cruzada no obstante que éstas están sobre la misma planta; siendo a la vez necesaria la polinización para el desarrollo del fruto y semilla.

Los frutos son por lo general redondos y periforme de diferentes tamaños (5-8cm) el tamaño varia debido a las fluctuaciones de la estación de crecimiento de las mismas (Curtis 1974, Bemis et al. 1975 y Scheerens et al. 1978); son de color verde con franjas blancas con pulpa muy filamentosa y amarga de color blanca. La producción de frutos por la planta es sumamente variable, por ejemplo Whitaker y Bemis (1975) citan una producción máxima de 250 frutos por planta: Chavez y Gómez (1978) señalan rangos de 2-6 frutos por planta a los dos años, y 46-156 frutos con medias de 48.3 frutos por plantas con rangos de 18-90 frutos a los dos años. Sin embargo, Curtis (1974) encontró rangos de 0-300 frutos por planta para tres cosechas las cuales corresponden probablemente al primer, segundo y tercer años de vida de las plantas, y las plantas de calabacilla loca bajo cultivos siempre presentan un porcentaje de plantas sin frutos.

La producción aparente se estabiliza a partir del segundo año, probablemente condicionada por la capacidad fisiológica de la planta, de acuerdo a su hábitat de crecimiento en los cuales se desarrolla.

El peso de los frutos es otra de las características variables, el cual esta en función del tamaño que estos presenten.

El fruto generalmente es trícarpelar, aunque pueden presentarse de hasta 4 o 5 carpelos. Observaciones realizadas a este respecto, han encontrado que existe correlación positiva entre el número de carpelos y el número de semillas presentes en el fruto.

Las semillas son pequeñas oblongas- ovaladas de aproximadamente 12 mm de largo y 6-7 mm de ancho con los márgenes obtusos. El número de semillas por frutos es otra de las características más variables entre las poblaciones de la calabacilla, por ejemplo Whitaker y Bemis (1975) encontraron en plantas de dos años frutos con 222.5 semillas y un rango de 115-300. Ba -Amir (1978) cita que el número de semillas puede estar correlacionado con el peso y el tamaño del fruto.

2.4 Origen y distribución

La calabacilla loca posee una amplia distribución en Norte América, desde el oeste de los Estados Unidos hasta el sur de Guanajuato; sin embargo, aunque su distribución dentro de la República Mexicana aún no ha sido completamente determinada, se puede encontrar en forma silvestre en prácticamente cualquier lugar del árido mexicano y regiones similares, o sea que se encuentra en casi todo el país, lo que pone de manifiesto su adaptación a las condiciones climáticas tan desventajosas para otras especies.

Bemis et al. (1969) reporta la siguiente distribución:

En México, desde Guanajuato, el desierto chihuahuense, el altiplano, noroeste y este del estado de Sonora y sur de California, Dakota del sur y el suroeste de Estados Unidos (Colorado, Nuevo México y Arizona).

El mismo autor cita que James (1920) la encontró creciendo desde las inhóspitas tierras que se encuentran a lo largo de las montañas rocallosas hasta la confluencia de Arkansas y Boiling Spring Fork hasta los orígenes del río Colorado. Así mismo afirman que el género cucurbita, es nativo del Continente Americano, y consideran como probable centro de origen a las regiones tropicales y semi-tropicales del sur de México.

2.5 Potencial alimenticio y/ o industrial

La factibilidad de utilizar las semillas de calabacilla loca para la obtención de aceite y proteína puede justificarse al compararla con otras fuentes de aceites. Se observa que la semilla de calabacilla loca tiene cualidades para competir, ya que únicamente es superada por la semilla de soya (37.9%) y ajonjolí (41.3%) en cuanto a proteína y aceite se refiere.

Las semillas de algodón, girasol y ajonjolí tienen una concentración de proteína en la semilla más bajo que la calabacilla loca. Por lo tanto, esta especie compite por su contenido de aceite y proteína sobre las oleaginosas en explotación actual y además de que esta planta requiere de mínima humedad, suelos no muy especializados y de mínimos cuidados.

El contenido de ácido linoléico de la calabacilla loca (61%) es superado solamente por el cártamo (75%), lo que nuevamente pone de manifiesto, tanto el potencial como la calidad, que posee.

Todo lo antes descrito esta basado en la información técnico- científica generada por diversos investigadores (Curtis, 1946, 1972, 1973, y 1974; Bemis et al. 1967, 1975, 1977, y 1978; Berry et al. 1974, 1976, y 1978; Bolley et al. 1950, Shahani et al. 1951, Jacks et al. 1972, Whitaker 1975 y Webwer et al. 1976.).

2.5 Importancia económica como cultivo.

En México la demanda actual de alimento y en especial la de aceites vegetales va aumentando año con año, debido en parte a la alta tasa de crecimiento de la población, a la baja producción de los mismos y el menor numero de áreas cultivables.

De acuerdo a De la Garza (1978) México tiene que producir 20,000 toneladas más de aceite cada año para cubrir las necesidades de consumo, no obstante que la industria aceitera nacional ha llegado a ocupar un lugar importante entre las industrias de transformación cuando la producción mundial de las principales semillas oleaginosas aumentan año con año; en México, baja producción de esta semilla ha obligado, a que nuestro país importe grandes cantidades no solo de semillas de oleaginosas, sino del aceite mismo.

En la actualidad, los cultivos de oleaginosas que más contribuyen en la producción de aceite en México son: el cártamo, algodón, ajonjolí, copra, soya y girasol.

De estos, el cártamo es el cultivo que más contribuye en la producción de aceites comestibles (28%) y esto se debe indudablemente a la mayor superficie destinada a este cultivo.

Actualmente México importa cerca del 85% del aceite que se consume. (INIFAP 2002).

El mercado está asegurado por la alta demanda de las industrias aceiteras, lo que representa para el productor la seguridad de poder obtener 240 dólares por tonelada, además que la demanda nacional de oleaginosas en México para producir aceite para el consumo humano y proteína para el ganado, es de 5.52 millones de toneladas al año.

Por lo anterior, la calabacilla loca se vislumbra como una posible alternativa para solucionar, en parte la escasez que se tiene de aceite comestible y de otros productos alimenticios.

Así mismo la calabacilla loca además de considerarse como una fuente de alimento puede ocupar superficies que actualmente no son utilizadas en forma alguna por otros cultivos tradicionales (maíz, frijol, trigo, etc.), ya que esta especie requiere de mínima humedad y de suelos no muy bien especializados para expresar su máxima producción (fruto o semilla), bajo condiciones no muy benignas en las cuales otros cultivos no prosperan.

2.6 Fuentes de extracción de aceites vegetales.

Aceituna	Soya
Ajonjolí	Lino
Algodón	Palma
Cacahuate	Peces
Cacao	Germen de maíz
Cártamo	Salvado de arroz
Coco	Orujo de aceituna
Colza	Pepita de uva
Girasol	
Palmiste	

Tabla 2. Principales fuentes de aceite (David S. Robinsón 1991).

2.7 Contenido medio de aceite en la fuentes utilizadas comercialmente.

FUENTES	CONTENIDO DE ACEITE (%)
Semilla de ricino (<i>Ricinus communis</i>)	45
Copra de coco (<i>Cocos nucifera</i>)	66
Semilla de algodón (<i>Gossypium species</i>)	19
Semilla de linaza (<i>Linum usitatissimum</i>)	35
Maíz (<i>Zea mays L</i>)	5
Oliva (<i>Olea europaea L</i>)	27
Nuez de palma (<i>Helaseis guineensis</i>)	47
Cacahuete (<i>Arachis hypogaea L</i>)	45
Colza (<i>Brassica species</i>)	42
Cártamo (<i>Carthamus tinctorius</i>)	30
Sésamo (<i>Sesamum indicum L</i>)	50
Soja (<i>Glycine max L</i>)	19
Girasol (<i>Helianthus annuus L</i>)	40
Germen de trigo (<i>Triticum aestivum</i>)	10
Germen de maíz (<i>Zea mays L</i>)	40

Tabla 3 (DAVID S. ROBINSON 1991), Contenido medio de aceite de algunas semillas.

2.8 Métodos de extracción de aceite vegetales.

Algunas semillas oleaginosas por su alto contenido de grasa requieren métodos físicos y químicos para su extracción. Generalmente la primera extracción es de tipo físico y se efectúa en prensas continuas conocidas industrialmente como prensas expellers. Las semillas de alto contenido en grasa se someten a una extracción por el sistema de prensas y posteriormente se llevan al sistema de extracción con solvente. Estos procedimientos conducen a altos rendimientos en la extracción de aceite.

Las semillas consideradas bajas en grasas (menos del 20%), se tratan directamente por el sistema de extracción con solvente. Cualquiera de estos métodos de extracción dejan en la semilla extractada un contenido de grasa residual inferior al 0.5% (Bernardini E. 1981).

Cuando se trata de aceites de bajo peso molecular se puede usar un sistema por arrastre de vapor (Bailey. A. E. 1945).

2.8.1 Extracción mediante método físico

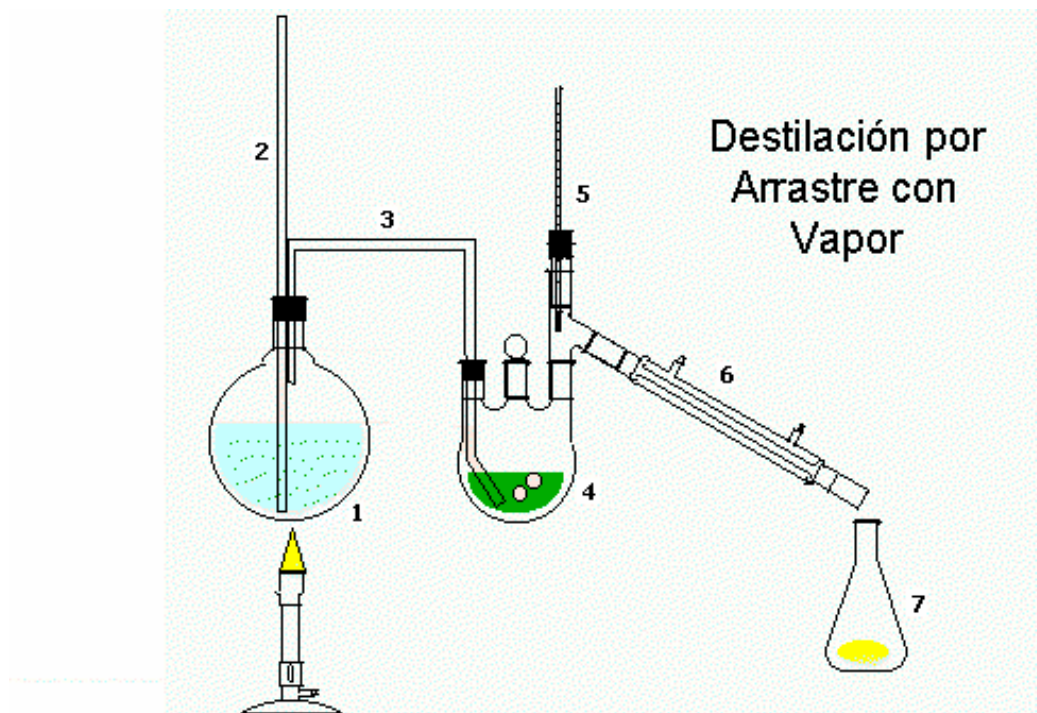
Una prensa de expeledor es una máquina de tipo tornillo que presiona el aceite a través de una cavidad en forma de barril enjaulado, usando la fricción y la presión continua del tornillo impulsor para mover y comprimir el material de la semilla.

El prensado de aceite por Expeledor es más bien un proceso de extracción mecánico más químico (Ackman R. G.1990).

2.8.2 Extracción por arrastre de vapor

(Bailey. A. E. 1945) En la extracción por arrastre con vapor (Fig.1) se hace pasar una corriente de vapor a través de la mezcla de reacción y los componentes que son solubles en el vapor son separados. Entre las sustancias que se pueden separar por esta técnica se pueden citar los Aceites Esenciales de bajo peso molecular como el aceite de hierbabuena etc.

En la figura 1. Se puede observar el mecanismos de acción del sistema de extracción por arrastre de vapor.



1, Generador de vapor, 2 válvula de seguridad, 3 conducción del vapor vivo, 4 recipiente con semilla o materia seca, 5 termómetro, 6 refrigerante, 7, matraz para recolección de mezcla aceite-agua.

Figura 1 Sistema de arrastre de vapor

2.8.3 Extracción y refinado de aceites comestibles por método físico y químico.

Las semillas consideradas bajas en grasas (menos del 20%), se tratan directamente por el sistema de extracción con solvente. Cualquiera de estos métodos de extracción dejan en la semilla extractada un contenido de grasa residual inferior al 0.5%(Berdanier C.D., y colaboradores. 1992).

De acuerdo el Departamento de Agricultura de EE.UU. (U.S.D.A.), los aceites crudos no se consideran adecuados para el consumo humano hasta que no han sido refinados y se han eliminado las impurezas.

2.8.3.1 Refinado del aceite.

El refinado produce un aceite comestible con las características deseadas por los consumidores, como sabor y olor suaves, aspecto limpio, color claro, estabilidad frente a la oxidación e idoneidad para freír.

Los dos principales sistemas de refinado son el refinado alcalino y el refinado físico (arrastre de vapor, neutralización destilativa), que se emplean para extraer los ácidos grasos libres (AMV ediciones 1988).

El método clásico de refinado alcalino comprende normalmente las siguientes etapas:

- Desgomado con agua para eliminar los fosfolípidos fácilmente hidratables y los metales.
- Neutralización de los ácidos grasos libres con un ligero exceso de solución de hidróxido sódico, seguida de la eliminación por lavado de los jabones y de los fosfolípidos hidratados.
- Blanqueo con tierras minerales naturales o activadas con ácido para adsorber los compuestos coloreados y para descomponer los hidroperóxidos.

- Desodorización para eliminar los compuestos volátiles, principalmente aldehídos y cetonas, con bajos umbrales de detección por el gusto y el olfato.

2.9 Clasificación de los ácidos grasos:

Según Otero A. E, 1960, el número de sustancias consideradas como lípidos es muy grande y la manera de clasificarlas resulta en ocasiones difícil; existen diversos métodos para este fin, cada uno posee sus propias ventajas y desventajas, pero todos ellos basados en alguna de las propiedades físicas o químicas que los caracterizan.

Se dividen en tres grandes grupos en función de su estructura química.(Otero A. E 1960)

2.9.1 Lípidos simples. Ésteres de ácidos grasos y alcoholes.

1. Grasas y aceites. Ésteres de glicerol con ácidos mono carboxilados
2. Ceras. Ésteres de alcoholes mono hidroxilados y ácidos grasos

Los lípidos simples abarcan las grasas y los aceites y por lo tanto resultan ser los más abundantes e importantes para el tecnólogo en alimentos.

2.9.2 Lípidos compuestos:

Lípidos simples conjugados con moléculas no lipídicas.

1. Fosfolípidos. Ésteres que contienen ácidos fosfóricos en lugar de un ácido graso, combinado con una base de nitrógeno.

2. Glucolípidos. Compuestos de carbohidratos, ácidos grasos y esfingosinol, llamados también cerebrósidos.
3. Lipoproteínas. Compuestos de lípidos y proteínas.

Los lípidos compuestos son aquellos que están integrados por partes lipídica y otra que no lo es, unidas covalentemente; destacan los fosfolípidos y los glucolípidos; en ocasiones también se incluyen las lipoproteínas, pero dado que sus integrantes (proteínas y lípidos) se enlazan hidrófoba y electrostáticamente, algunos autores no lo consideran en este grupo.

2.9.3 Lípidos compuestos asociados.

1. Ácidos grasos (derivados de los lípidos simples)
2. Pigmentos.
3. Vitaminas.
4. Esteroles.
5. Hidrocarburos.

Finalmente, los lípidos derivados o asociados son todos aquellos que no se ubican en ninguna de las subdivisiones anteriores; en esta categoría están los ácidos grasos libres, los carotenoides, las vitaminas liposolubles, el colesterol entre otros.

Otra clasificación es la que se toma en cuenta su capacidad para producir jabones: aquellos que los forman se llaman saponificables y los que no insaponificables; el proceso de saponificación es una reacción de esterificación que se utiliza en muchos análisis de lípidos y que consiste en hacerlos reaccionar con hidróxido de potasio para que se generen los ésteres de los ácidos grasos, llamados jabones. Los lípidos saponificables comprenden las grasas, los aceites, las ceras, los fosfolípidos y los fosfátidos, mientras que los insaponificables son básicamente los esteroides, los hidrocarburos, los pigmentos y las prostaglandinas (Salvador Badui D. 1996).

David S. Robinson 1991, Clasifica los ácidos grasos, como polares y no polares; los polares (ácidos grasos, fosfoglicéridos, esfingolípidos, etc.) se orientan espontáneamente con el grupo polar hacia el agua debido a que contienen en su molécula una parte hidrófila y otra hidrófoba, y los polares permanecen asociados y no se orientan en la interfase acuosa, como ocurre con los hidrocarburos alifáticos, no se suspenden, no se emulsionan y son insolubles en la fase acuosa.

2.10 Ácidos grasos más comunes en los vegetales.

NOMBRE SISTEMÁTICO	NOMBRE COMÚN	SÍMBOLO	(%)
DODECANOICO	LAURICO	12:0	4
TETRADECANOICO	MIRISTICO	14:0	2
HAXADECANOICO	PALMITICO	16:0	11
OCTADECANOICO	ESTEARICO	18:0	4
OCTADEC-9C-ENOICO	OLEICO	18:1	34
OCTADEC-9C-DIENOICO	LINOLEICO	18:2	34
OCTADEC-9C-TRIENOICO	α -LINOLEICO	18:3	5
DOCOS-13C-ENOICO	ERUCICO	22:1	3

Tabla 4 ácidos grasos mas comunes en los aceites vegetales (Berdanier, C.D, et al 1992.)

2.11 Los aceites vegetales

La palabra lípidos proviene del griego “lipos”, que significa grasa y cuya aplicación no ha sido bien establecida; originalmente, se definía como “ una sustancia insoluble en agua, pero soluble en disolventes orgánicos, tales como cloroformo, hexano y éter de petróleo”, bajo estas consideración de solubilidad, hay muchos otros compuestos, como terpenos y carotenoides que también están incluidos.

Sin embargo, algunos autores contemplan como lípidos solo aquellas moléculas que son derivados reales o potenciales de ácidos grasos y sustancias relacionadas, con lo cual se excluyen terpenos, carotenoides y colesterol, pero no los esteres de este último. Según esta definición, los aceites y grasas se consideran como lípidos (David S.Robinson 1991).

Los aceites se denominan “*lípidos*”, que es su nombre científico molecularmente, son cadenas largas de moléculas de carbono que forman los triglicéridos (o tres moléculas de ácido graso atadas a una molécula de glicerina). Algunos tienen moléculas mono- y diglicéridas, que son compuestos de uno o dos glicéridos .

Los aceites son una combinación de una unidad de glicerina y tres unidades de ácidos grasos, y son normalmente líquidos a temperatura ambiente, (Bernardini E. 1981).

Las grasas y los aceites son los principales lípidos que se encuentran en los alimentos contribuyendo a la textura y en general a las propiedades sensoriales del producto.

Las principales fuentes son los tejidos animales y las semillas oleaginosas, ya que las frutas y las hortalizas presentan normalmente muy bajas concentraciones, con algunas excepciones como el aguacate, las aceitunas y algunos tipos de nueces (Rossell, J.B., Kochhar, S.P. and Jawad, I.M, 1981) y (David S. Robinson 1991).

La naturaleza física de una grasa viene determinada por los ácidos grasos que contenga; por ejemplo, los aceites de coco y nuez de palma, ricos en ácido láurico y mirístico, tienen puntos de fusión bajos (aproximadamente 25 y 28°C) y son grasas sólidas relativamente duras a temperaturas de 13 a 18° C, (Bailey. A. E. 1945).

Los ácidos grasos están formados por diferentes longitudes de cadenas de carbono, con enlaces simples, dobles o triples. Cada aceite tiene un complejo distinto de ácidos grasos que, cuando se rompen, identifican su forma química.

Los cuatro subgrupos de ácidos grasos son: los saturados, mono insaturados, poliinsaturados y superpoliinsaturados. (Carlson S. E. 1997).

Cuanto más larga sea la cadena del ácido graso, mayor será la inestabilidad y reactividad al oxígeno, calor y energía de la luz. Los ácidos saturados, que tienen la cadena de carbono más corta son los más estables y los menos propensos a la oxidación. Los super poliinsaturados son los que tienen la cadena más larga y tienen una menor estabilidad y vida útil (Bernardini E. 1981).

2.12 Ácidos Grasos Esenciales (AGES) en el cuerpo humano.

Una dieta con cantidades adecuadas de grasas es necesaria para la salud humana. Además de contribuir proporcionando energía necesaria para desarrollar actividades, la ingesta debe ser suficiente para alcanzar los requerimientos diarios de ácidos grasos esenciales y vitaminas liposolubles. Los ácidos grasos de las familias n-3 y n-6 , también conocidos como ω -3 y ω -6 son indispensables en la dieta (Ackman R. G. 1990).

Los ácidos grasos esenciales, son dos grasas que el cuerpo humano no puede sintetizar a partir de otros compuestos orgánicos o alimentos y son esenciales para la vida. Son omega 6 (ácido linoleico) y omega 3 (ácido alfa-linoleico). Estos ácidos se encuentran abundantemente en muchos aceites vegetales. Ambos se clasifican como grasas poliinsaturadas. No obstante, el ácido alfa-linoleico (fracción de omega 3) también se considera como poliinsaturado, posee un doble enlace ubicado a 3 y 6 carbonos del metilo terminal respectivamente, siendo esta una posición estratégica para la actividad de algunas enzimas (FAO y OMS.1993).

Se necesita una manipulación y protección durante el almacenamiento apropiados, ya que ambos ácidos grasos se deterioran rápidamente en presencia del calor, luz u oxígeno.

(Jung, M.Y. Yoon, S.H., Min, D.B. 1989). Los ácidos grasos esenciales, son una fuente energética importante ya que cada gramo genera 9 kcal, y muchos de ellos cumplen actividades biológicas como:

- Transportar y metabolizar el colesterol y los triglicéridos.
- Facilitar el desarrollo y funcionamiento normales del cerebro.
- Mantener de las membranas celulares (anti-arrugas).
- Incrementar la velocidad metabólica, la recepción de oxígeno y la producción de energía.
- Aumentar la producción de las prostaglandinas.

(FAO y OMS 1993) Los síntomas de falta de Ácidos Grasos Esenciales (A.G.E.S), comienzan con la dermatitis - piel escamada, seca y roja -. Una deficiencia de AGES puede conducir hacia la pérdida de agua, dolor en las articulaciones y otros problemas potenciales de salud.

Estos compuestos desempeñan papeles críticos en la estructura de las membranas celulares y actúan como precursores de los eicosanoides como las prostaglandinas, leucotrienos y lipoxinas que son compuestos altamente reactivos y que cumplen funciones diversas en el hombre: intervienen en la agregación plaquetaria, en los procesos inflamatorios y en el sistema inmunitario (European Society of Pediatric Gastroenterology and Nutrition, 1991).

2.13 Usos de las grasas y de los aceites en la alimentación

Los aceites se usan para ensaladas y para cocinar. Los aceites se encuentran en grandes cantidades en muchos productos de panadería, preparados para lactantes, en productos lácteos y algunos dulces. Los aceites se emplean algunas veces directamente en los alimentos (Harry Lawson, 1999).

2.13.1 Aceites de cocina

El principal uso del aceite en la cocina es la fritura, donde funciona como medio transmisor de calor y aportando sabor y textura a los alimentos. Estos deben de ser estables en las condiciones verdaderamente extremas de fritura por inmersión, esto es, altas temperaturas y humedad. En general, en la fritura el aceite debe mantenerse a una temperatura máxima de 180°C. Si se fríen los alimentos a una temperatura demasiado baja, éstos atrapan más grasa. El agua, que es aportada por los alimentos que se fríen en el aceite, aumenta la disociación de los ácidos grasos que se produce durante el calentamiento (Harry Lawson, 1999).

Los aceites ricos en ácido linolénico, como el de soya y el de canola, son particularmente susceptibles de sufrir estos cambios indeseables, para su mejor estabilidad estos tipos de aceites necesitan reducir el ácido linolénico desde aproximadamente un 8 % hasta valores inferiores al 3 %, generándose un aceite para freír relativamente estable (Belitz. Grosch, 1997).

Los alimentos que se fríen y almacenan antes de comerlos, por ejemplo: los aperitivos, requieren un aceite aún más estable. Los aceites mas saturados mejoran la estabilidad, pero si la grasa para freír es sólida a temperatura ambiente se generará una desagradable superficie dura, indeseable en algunos productos fritos. Cuando los aceites se usan continuamente, como en los restaurantes, se necesita una grasa para freír que sea muy resistente. En estos casos se emplean mantecas más sólidas que maximicen la estabilidad de la grasa durante muchas horas de fritura (Harry Lawson, 1999).

2.13.2 Aceites para ensaladas

El principal uso de los aceites para ensaladas es en los aliños. Los aliños tradicionales para ensaladas, algunos de los cuales son emulsiones, consisten en un sistema bifásico de aceite y agua con un 55-65% de aceite. Un aceite para ensaladas no debe contener cristales sólidos que, al refrigerarlo, le confieran una textura pegajosa de sebo, rompan la emulsión formada entre el agua y el aceite, o den al producto un aspecto turbio.

Los aceites pueden ser frigelizados, un proceso en el cual se eliminan los cristales sólidos que se forman a temperaturas del frigorífico (Marchand, 1982).

Normalmente, se emplea aceite de soya, sin hidrogenar o parcialmente hidrogenado, de canola, de semilla de algodón frigelizado, de cártamo, de girasol y de maíz.

El aceite de oliva tiene un sabor único, y aunque forma cristales a temperaturas de frigorífico, se suele servir a temperatura ambiente como aceite para ensaladas (Dutton, 1979).

2.14. Antioxidante

Un antioxidante es cualquier material de origen natural o manufacturado cuya adición en un producto de grasa/ lípido proporciona un incremento de la estabilidad oxidativa. Los antioxidantes disminuyen la tensión oxidativa mediante la limitación de las reacciones químicas y de la recepción de moléculas de oxígeno simples provenientes de la atmósfera. Los antioxidantes interfieren en la recepción del oxígeno libre de la atmósfera. Algunos aceites tienen altos antioxidantes de surgimiento natural, como la Vitamina E, los alfa-beta-gamma y delta tocoferoles, sesamin y sesamol.

Los antioxidantes solubles del aceite natural, tales como el aceite de romero, Vitamina E (p.e. alpha-tocoferol) y otros componentes liposolubles, se adicionan ocasionalmente como antioxidantes adjuntos para retrasar el deterioro del aceite vegetal e incrementar su vida útil.

Todos los antioxidantes deben ser aprobados por el Ministerio de Sanidad o el de Agricultura, entre otros, dependiendo de los países. Los antioxidantes que son sintéticos, no se consideran como antioxidantes adjuntos y por lo tanto, no pueden ser incluidos como ingredientes de los aceites naturales u orgánicos (A .J. AMOS. 1969).

Existen dos categorías fundamentales de compuestos que se utilizan para evitar el deterioro oxidativo de los lípidos: los donadores de protones y los secuestradores. En los primeros están el butilhidroxianisol (BHA), el butilhidroxitolueno (BHT), y la terbutilhidroquinona (TBHQ), éstos no detienen la formación de los radicales que se generan en la oxidación, sino que reaccionan con ellos, los estabiliza y se producen radicales del antioxidante que son menos activos. Es decir, se consumen en la reacción y por lo tanto la estabilidad del lípido siempre va a depender de la cantidad residual de aditivo que contenga (Salvador Badui D., 1996).

2.15 Características de algunos tipos de aceites vegetales

2.15.1 Aceite de algodón

Presenta en bruto, un color rojo intenso y un olor característico. Contiene un compuesto fenólico tóxico: el gopisol, que se elimina con el refinado, y ácido malvánico que se llega a eliminar con la hidrogenación. Posee triglicéridos con punto de fusión alto que hacen que se enturbie, por cristalización de los mismos a temperaturas inferior a 8° C.

2.15.2 Aceite de germen de maíz

El aceite de maíz se obtiene del germen que se separa en la obtención del almidón. Tiene un nivel relativamente bajo de ácidos grasos saturados y contiene vitamina E en mayor cantidad que cualquiera de los otros aceites.

Es necesario proceder a la winterización para eliminar las ceras. Es un aceite apropiado para obtener margarinas y se emplea también para mayonesas (CODEX STAN, 1969).

2.15.3 Aceite de girasol

Es el más utilizado de los aceites de semilla en Europa en concreto en España. Se emplea tanto en mesa como en frituras. Tiene un alto contenido de ácidos grasos poliinsaturados y contiene ácido linoleico en mayor cantidad que los otros aceites.

En los últimos años han aparecido aceites de girasol procedentes de variedades de semillas especialmente ricas en ácido oleico (A .J. AMOS. 1969).

2.15.4 Aceite de soya

Además de su riqueza en ácidos oleico y linoleico, contiene cantidades significativas de ácidos linoléico. Ocupa actualmente el primer lugar en la producción mundial de aceites vegetales comestibles. Los principales países productores son Estados Unidos, Brasil y China. El aceite de soya refinado tiene color amarillo claro y sabor suave. Contiene pequeñas cantidades de ácidos grasos furánicos ramificados que oxidan fácilmente a compuestos de aroma intenso. Las semillas de soya resultan especialmente interesantes ya que, además del aceite, proporcionan una torta proteica de la que se obtienen los aislados y concentrados de soya (A .J. Amos, 1969).

2.15.5 Aceite de cacahuete

Es junto con el de maíz, uno de los aceites de mayor importancia económica. Aunque su composición varía en relación con el país donde se produce, es característico su contenido en ácido arcaico, behénico y lignocérico, cuyos glicéridos cristalizan fácilmente por debajo de 8° C. Posee una gran estabilidad al calor. Mezclando con cacahuete tostados y molidos forma la manteca de cacahuete (David S. Robinsón, 1991).

2.15.6 Aceite de colza

Al igual que el aceite de soya, aporta cantidades significativas de ácido linolénico. Suele ser rico en ácido erúcico, aunque hay variedades sin este ácido o con muy poco. Además, presenta pequeñas cantidades de compuestos azufrados volátiles que se eliminan con el refinado. (David S. Robinson. 1991).

2.15.7 Aceite de linaza

Su elevado contenido en ácido linolénico lo hace muy susceptible a la autooxidación, que da lugar a productos amargos. Además, la autooxidación conduce a su secado rápido debido a la formación de polímeros, que lo hace idóneo para ser empleado en la fabricación de pinturas, lacas, linóleo, etc (A .J. Amos. 1969.).

CAPITULO 3

MATERIALES Y MÉTODOS

El desarrollo experimental del presente trabajo se realizó en 8 etapas.

La primera etapa consistió en la recolección de los frutos, en las cuales se tomaron en cuenta, tamaño, color, condiciones físicas (en descomposición, presencias de hongos); las cuales en una selección por tamaño se les extrajeron las semillas y se les realizó un conteo de semillas por fruto; posteriormente se realizó un secado al sol para su posterior análisis físico-químico realizado en el Departamento de Nutrición y Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

En la segunda etapa, se realizaron extracciones de aceite con dos tipos de solventes a través del método Soxhlet; con hexano y éter de petróleo, y posteriormente se realizó un proceso de lavado de la semilla y una nueva extracción únicamente con hexano.

En esta etapa se realizaron pruebas de determinación de cloro con el agua de los lavados, y de índice de acidez al aceite crudo, los experimentos fueron realizados en el Laboratorio de Nutrición y Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

La tercera etapa, consistió en una nueva recolección de frutos tomando en cuenta los parámetros de color, madurez y estado físico, sin importar el tamaño; en esta etapa se desarrollaron dos sistemas de extracción de la semilla: una manual y otra por procesos mecánicos; y se usó dos métodos de secado, uno por procesos de secado al sol y el otro a través de una estufa de desecación a 55-60°C.

En la cuarta se determinó la densidad de la semilla y se realizaron análisis de tamaño de partícula óptima para la extracción del aceite, utilizándose tres tipos de molinos: un molino Cerámico (aplicando cargas de 1400 gr., 2800 gr., 4200 gr.); un molino Tubular (con carga de 1500 gr.) y un molino de cuchilla Willey (con diferentes tipos de mallas de descarga 2 mm, 2.5 mm², 3 mm., 4 mm²., con diferentes tiempos de molienda). Cada muestra obtenida de cada una de las moliendas se pasaron a través de tamices del #8, #10, #14, #40, # 65, #85, movidas por un rot – ap, por espacio de 3 min.; estos estudios fueron realizados en el laboratorio de Ingeniería Química de la Facultad de Ciencias Químicas de la Universidad Autónoma de Coahuila y en el Laboratorio de Nutrición y Alimentos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro.

En la quinta etapa se realizaron 3 experimentos de extracción de aceite a nivel laboratorio por medio de un método Soxhlet.

En el primero, se realizó una extracción de aceite con tres extracciones de aceite a la misma muestra con diferentes relaciones de soluto disolvente (relación 1:20, 1:10, 1:5) con tiempo de contacto de 10 min. a 60° C. usando como medio de calentamiento un baño de arena a 190° C.

En el segundo experimento a nivel laboratorio consistió en una extracción de aceite con tres extracciones de aceite de la misma muestra con relaciones (soluto-disolvente) de 1:30, 1:20, 1:15 respectivamente y tiempo de contacto de 10 min. a 60° C. usando como medio de calentamiento un baño de arena a 190° C.

En el tercero a nivel laboratorio fue una extracción de aceite en tres fases a partir de la misma muestra aplicándose relaciones (soluto-solvente) de 1:20, 1:10, 1:5 con tiempos de contacto de 5 min. a 60° C. usando como medio de calentamiento un baño de arena a 190° C.

En esta etapa se realizó un análisis del aceite crudo y un proceso de refinado del aceite crudo con NaOH de grado industrial.

En la sexta etapa, de acuerdo con los resultados obtenidos en los experimentos a nivel laboratorio se continuó con una extracción a nivel planta piloto, por medio de un método sólido- líquido, en un rota vapor diferencial de 20 litros de capacidad usando hexano. En esta etapa también se determinó la densidad del aceite crudo, se refinó y decoloró con carbón activado y se evaluó su densidad se comparó el color contra aceite no tratado.

En la séptima se realizaron 2 degradaciones del aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) utilizando papa como materia prima para la obtención de una fritura; durante el proceso se realizaron pruebas que permiten evaluar el índice de degradación de aceite (índice de yodo, índice de peróxidos, índice de saponificación, índice de acidez).

En la octava etapa se realizó una prueba de evaluación sensorial, utilizando papas fritas, las cuales fueron obtenidas a partir de dos tipos de aceites: de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) y aceite de canola (capullo), aplicando 2 pruebas: una prueba triangular y otra de preferencia.

3.1 Etapa 1: Primera recolección de los frutos

3.1.1 Recolección de los frutos.

La primera recolección de los frutos se realizó el 16 de agosto del 2002 en los campos de la Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro, que se encuentra ubicada a orillas de la carretera Saltillo-Zacatecas a la altura del km 20 y también se colectaron frutos en Villacorzo Chiapas, que se encuentra ubicado al sureste del estado Chiapas. Los frutos se recolectaron manualmente, se seleccionaron por tamaño, color y sobretodo madurez de los frutos.

3.1.2 Extracción y conteo de las semillas

Las calabacillas se partieron en dos con un machete, midiéndose el diámetro de la circunferencia de la calabacilla para una mejor clasificación. Se separaron las semillas de cada uno de los frutos, y registraron los datos con su respectiva identificación y se colocaron al sol sobre una manta para disminuir el contenido de humedad. Luego se molió en un molino Willey con una criba de 2mm., para realizar el análisis físico-químico.

3.1.3 Características físico –químicas

La característica físico química de la semilla consistió en la determinación de: proteína, extracto etéreo, fibra, cenizas, humedad y análisis de por ciento de materia seca, mediante los procedimientos descritos en la AOAC de 1980.

3.2 Etapa 2: Extracción de aceites con dos tipos de solventes

3.2.1 Extracción de aceite por método Soxhlet

La semilla se redujo a un tamaño de partícula de 2 mm en un molino Willey con una malla de descarga 2 mm., posteriormente se realizaron extracciones de la siguiente manera:

- Utilizando 2 tipos de solventes hexano (300 ml) y éter de petróleo (300 ml)
- Utilizando muestras de semilla molida de calabacilla loca de 10 gr., y 20 gr.
- A una temperatura de 80° C con un tiempo de reflujo de 6 hr.

3.2.2 Primer extracción con hexano y éter de petróleo

Se usaron 6 muestras de calabacilla loca de 10 gramos cada una, 3 con hexano y 3 con éter de petróleo y se les extrajo el aceite por el método Soxhlet.

3.2.3 Segundo extracción con hexano y éter de petróleo

Se usaron 5 muestras de calabacilla loca 20 gramos cada una. Una con éter de petróleo y las demás con hexano, se siguió el mismo proceso de extracción con los mismos parámetros antes descritos.

3.2.4 Tercera extracción con hexano

De acuerdo con resultados obtenidos en los experimentos anteriores se decidió utilizar el hexano como solvente para la extracción. En esta se utilizaron 5 muestras de 20 gramos y 5 muestras de 10 gr., de la semilla recolectada en Villacorzo Chiapas (se realizaron 5 repeticiones por que la materia prima era muy poca, únicamente sirvió para hacer una comparación físico- química entre ambas muestras recolectadas).

3.2.5 Proceso de lavado de la semilla molida de la calabacilla loca y cuantificación de cloro

Después de la reducción de tamaño de la semilla de la calabacilla loca por medio de un molino Willey con criba 2 mm., se realizaron 4 procesos de lavados, utilizando 2 kilogramos de la semilla molida de la calabacilla loca, con un volumen de agua de la llave o corriente de 6 litros por cada lavada, con el propósito de eliminar impurezas y cuantificar la presencia de cloro en la semilla y fue filtrada a través de una manta de poro fino. Por cada lavada se tomó una muestra para su posterior cuantificación de cloro por el método de la AOAC de (1980). Después de haber realizados los procesos de lavado, la muestra húmeda se depositó en unas charolas de aluminio, se distribuyó uniformemente y se metió a una estufa a 55° C, por un tiempo de 12 hr., hasta que la muestra este completamente seca.

3.2.5.1 Figura 2. Diagrama de flujo de proceso de lavado de la semilla de calabacilla loca



3.2.6 Extracción de aceite del polvo de calabacilla loca, previamente tratada con procesos de lavados

Se pesaron 3 muestras 10 gramos de calabacilla loca previamente tratadas, se realizó un proceso de extracción por el método Soxhlet y tomando en consideración los parámetros establecidos en esta etapa.

3.2.7 Determinación de el índice de acidez

Se determinó el índice de acidez a 2 muestras de aceites: la recolectada en el norte (Coahuila) y la del sur (Chiapas), ambas extraídas con hexano y además se le determinó el índice de acidez a la que se extrajo con éter de petróleo. La prueba se realizó por duplicado, tomaron 5 gramos de aceite por cada muestra.

3.3 Etapa 3: Segunda recolección de frutos

3.3.1 Recolección de la materia prima

El 12 de septiembre del 2002, se realizó la recolección de los frutos únicamente en Saltillo, Coahuila (debido a la disponibilidad y cercanía de la materia prima), tomando en cuenta solamente la madurez del fruto; alrededor de 1000 frutos y se almacenaron a la sombra sin ningún control de ventilación, ni de humedad.

3.3.2 Extracción de las semillas de forma manual

Como se describió en la etapa 1, la calabacillas se partieron en dos con un machete, y con una cuchara se le sacó la semilla con las tripillas, a cada una de las calabacillas, dejándolas al sol sobre concretos u otro material, para su deshidratación, durante 2 días para alcanzar la humedad deseada, esto es cuando la semilla ya no se pega en la mano, posteriormente con un molino de mano para moler nixtamal (azteca), se hizo pasar la semilla con las tripillas procurando que estas no se quiebren, posteriormente se pasaron través de una malla de 5 mm² y con esto se separó la semilla del polvo.

3.3.3 Método mecánico o a presión

La calabacilla se aplastó, con el pie y se dejó al sol sobre concreto , durante 5 días, cada dos días se repitió el prensar con un mazo hasta que se deshidrataron por completo. Posteriormente, con un mazo se redujo por completo.

Las calabacillas ya secas, se cribaron a través de una malla de 1 cm² y con un ventilador de tres velocidades se separó las partículas de menor peso que las de la calabacilla loca, quedando así limpia.

3.3.4 Secado por medio de una estufa a 55° C

Se colocaron los frutos aplastados en una estufa a 55° C sobre una charola de aluminio durante 2 días, removiéndose cada 10 horas para un secado uniforme, posteriormente se sacan y se reduce su tamaño para pasar al proceso de extracción mecánica o a presión descrita anteriormente.

3.4 Etapa 4: Análisis del tamaño de partícula óptima

3.4.1 Determinación de la densidad de la semilla.

Se pesó una probeta de 100 ml, y se le agregó un volumen de la muestra de la semilla procesada a la malla # 50, se pesó la probeta con muestra y se registró el dato.

La formula para calcular la densidad aparente es:

Donde:
$$\delta = \frac{W}{V}$$

W = peso de la muestra.

V = volumen de semilla en la probeta.

δ = densidad aparente.

3.4.2 Reducción de tamaño de partícula en molino cerámico

Se colocó dentro del molino cerámico 500 gramos de semilla de calabacilla loca y de acuerdo a cálculos realizados, se usó una carga de 1400 gr., con un tiempo de 10 min., a una velocidad de 80 r.p.m. A la semilla molida se le determinó el tamaño de partícula, en tamices #8, #10, #14, #40, #65, # 85, #100, y #140. Posteriormente se colocaron cargas cerámica de 2800gr y 4200 gramos, con los mismos 500 gramos de semilla de calabacilla loca.

3.4.3 Reducción de tamaño de partícula con el molino tubular

La semilla extraída anteriormente se colocó en un molino de carga metálica, el cual se le colocó una carga de 500 gramos de cargas metálicas de bolas, con un tiempo de molienda de 10 min., posteriormente se realizó un análisis de tamaño de partícula con los tamices (#8, #10, #14, #40, #65, # 85, #100, #140).

3.4.4 Reducción de partícula con el molino de cuchilla Willey

Se realizaron experimentos para determinar el tamaño óptimo de la partícula y el tiempo óptimo de molienda.

El primer experimento (molienda usando criba 2 mm), consistió en tomar 500 gramos de semilla de calabacilla loca, los cuales se dividieron en 5 muestras de 100 gramos cada una, y se usaron 5 parámetros de tiempo de molienda para cada muestra , 1:30, 2:30., 3:00, 4:00, 5 min. Se determinó la cantidad molida cantidad no molida y la pérdida o pegada en el molino de cada una de las muestras.

En un segundo experimento se usaron 2 mallas de descarga de diferentes calibre para realizar la molienda : una de 4 mm² y otra de 2 .5 mm².

Con la malla de descarga de 4 mm² se realizó una molienda de 100 gramos de muestra al cual se le dio un tiempo de molienda de 30 seg. Posteriormente se le determinaron los gramos molidos durante ese tiempo, y se le practicó un análisis de tamaño de partícula en tamices: #8, #10, #14, #40, #65, #85.

Con la malla de descarga de 2.5 mm², se realizaron 3 moliendas de 100 gramos cada una, con 3 diferentes tiempos de molienda: 40seg., 1 min., 1:30. Posteriormente se determinó a cada una de las moliendas la cantidad de muestra molida y la cantidad de muestra no molida.

3.5 Etapa 5: Extracción a nivel laboratorio

3.5.1 Primer experimento a nivel micro escala (método Soxhlet)

Se utilizaron 10 gramos de muestra los cuales se sometieron a extracción o reflujo a tres diferentes concentraciones (soluto- solvente):

Primera extracción con relación 1:20 (10gr., de muestra por 200 ml., de hexano).

Extracción con relación 1:10 (10gr., de muestra por 100 ml., de hexano).

Extracción con una relación 1:5 (10gr., de muestra por 50 ml., de hexano).

Se tomaron en consideración los siguientes parámetros:

- ❖ Tiempo de extracción 10 min.
- ❖ Temperatura de ebullición del hexano 60°C.
- ❖ Temperatura del baño de arena para alcanzar la ebullición del hexano 190°C.
- ❖ Temperatura de filtración del hexano 30°C.

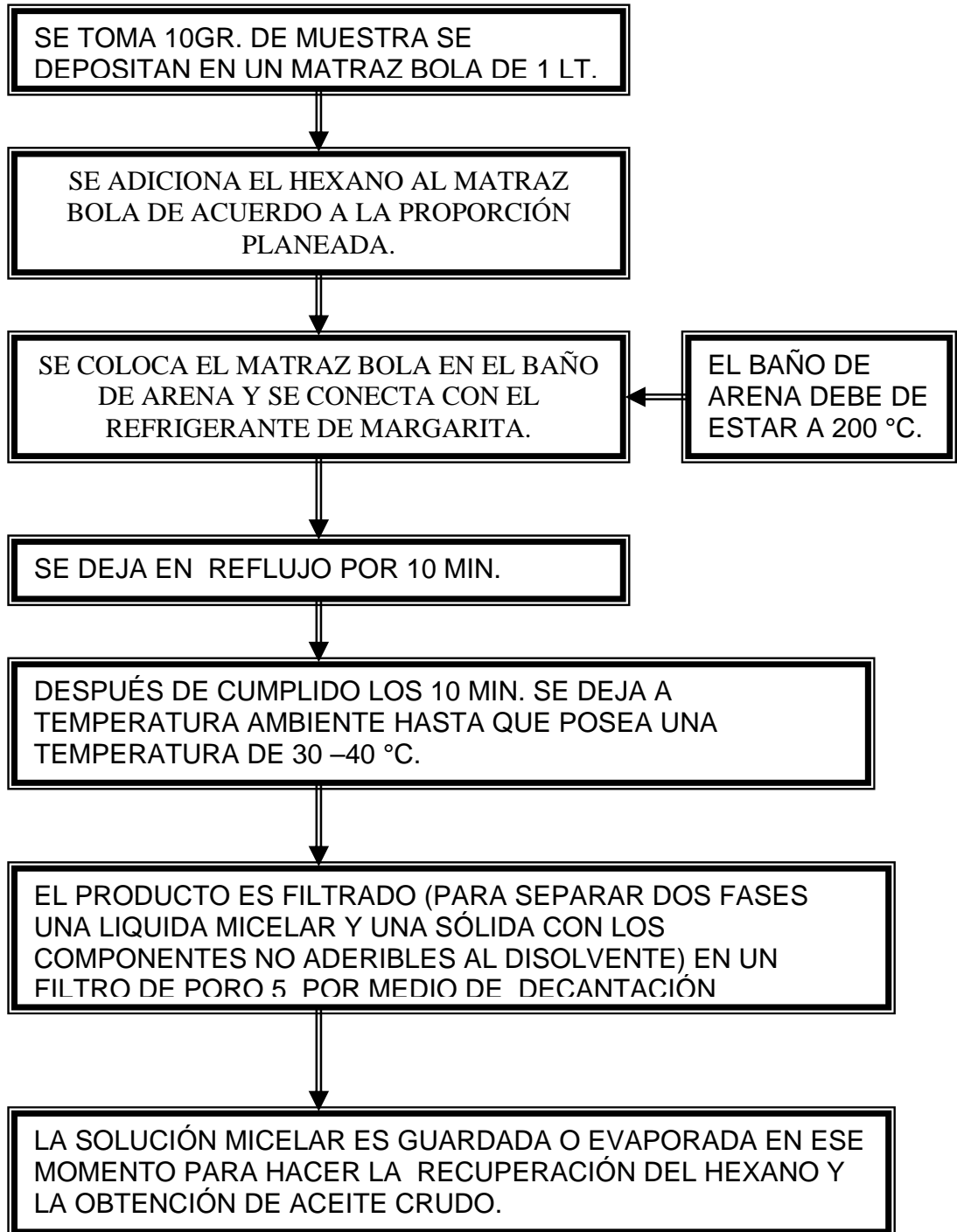
Posteriormente se determinó el porcentaje de aceite obtenido, y el porcentaje de hexano recuperado.

3.5.2 Extracción de aceite método Soxhlet

3.5.2.1 Material y equipo:

- Matraz bola capacidad de 1 lt.
- Refrigerante de margarita.
- Mechero Bunsen
- Parrilla.
- Baño de arena.
- Termómetro.
- Hexano.
- Filtro de poro 5.
- Embudo de plástico de cola.
- Matraz Erlenmeyer.
- Vaso de precipitado.

3.5.2.2 Figura 3. DIAGRAMA DE FLUJO DE EXTRACCIÓN METODO SOXHLET.



3.5.3 Segundo experimento a nivel laboratorio

Se tomó una muestra de 10 gramos, la cual se le realizaron tres extracciones, por medio del método Soxhlet, a una temperatura de extracción de 60° C, por un tiempo de 10 minutos, y una temperatura de filtración de 30 o 40° C, con relaciones de soluto y disolvente de:

- Primera extracción relación 1:30 (10 gr. de semilla con 300 ml., de solvente).
- Segunda extracción relación 1:20 (10 gr. de semilla con 200 ml., de solvente).
- Tercera extracción relación 1:15 (10 gr. de semilla con 150 ml., de solvente).

Posteriormente se determinaron las cantidades de hexano recuperado, el porcentaje de aceite y el total de aceite obtenido de las tres extracciones.

3.5.4 Tercer experimento

Se realizó una extracción de aceite de la calabacilla loca, por medio del método Soxhlet. Se tomaron en cuenta las mismas condiciones que en los demás experimentos y con un tiempo de contacto de 5 min.

3.5.5 Determinación del índice de acidez

Con el aceite crudo obtenido en los tres experimentos anteriores se realizó una determinación del índice de acidez, para determinar: % ácido oleico, láurico y el palmítico, para poder realizar un proceso de refinamiento a nivel laboratorio (ver apéndice II).

3.5.6 Proceso de refinado del aceite de calabacilla loca

Se realizó un proceso de refinado para el aceite de calabacilla loca tomando en cuenta el contenido del ácido graso presente en mayor concentración en el aceite (ácido oleico) para determinar la concentración de NaOH, necesarias para realizar el proceso.

3.5.6.1 Procedimiento

- 1) Tomar una muestra de 5 gramos de aceite que contiene 48.64 % de aceite palmítico.
- 2) Pesar 3 gramos de hidróxido de sodio en lentejas y disolverlo en 100 ml de agua destilada. (solución al 3 %)
- 3) En un matraz Erlenmeyer de 250 ml., depositar 100 ml. de solución al 3 % de NaOH y agregar 5 gr., de aceite de la semilla molida con la malla 2.5mm.
- 4) Calentar a reflujo por espacio de 30 min.
- 5) Suspender el calentamiento, decantar y separar el aceite libre de ácidos grasos (jabón).
- 6) Separar la fase aceite – agua en un embudo de separación de 250 ml.
- 7) Lavar 5 veces con agua destilada caliente entre 60° C y 70° C con un volumen de 150 ml., en un embudo de separación.
- 8) Agregar al aceite 100 ml., de hexano calentar a 60° C y enfriar a 26° C.
- 9) Filtrar la micela en un embudo de plástico con papel filtro y 10 gr. de sulfato de sodio anhidro(para eliminar la humedad).
- 10) Destilar la micela y pesar el aceite de cada saponificación.

3.5.7 Espectrometría del aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*).

Después de haber realizado el proceso de purificación del aceite se realizó un IR en un Espectrómetro FT-IR Nicolet 550.



Figura 3. Espectrómetro FT-IR Nicolet 550.

3.6 Etapa 6: Extracción a nivel planta piloto

3.6.1 Escalamiento a nivel planta piloto

De acuerdo con los resultados obtenidos a nivel laboratorio, se prosiguió con una nueva extracción en un rota vapor diferencial de 20 litros de capacidad, con un baño de agua, calentado por vapor.

Se pesaron 300 gramos de muestra molidas con el molino Willey con malla de descarga 2.5 mm²,. a esta muestra se le aplicaron 3 extracciones con hexano, a diferentes relaciones de (soluto- disolvente): relación 1:20, 1:10, 1:5.

3.6.2 Primera extracción relación 1:20

Se cargaron al rota vapor los 300 gramos de muestra molida y se le adicionaron 6 litros de hexano, y se pusieron a reflujo por 10 minutos, la temperatura del baño de agua de 70° C, y la de ebullición del hexano es de 60° C, con una agitación de 50 r.p.m. Cumplido los 10 minutos de reflujo o de contacto con la semilla, se bajó la temperatura del baño de agua a 30°C (temperatura de filtración). Posteriormente se separó la harina de la micela por medio de un proceso de decantación, y lo que queda de impurezas se filtró a través de un embudo con un filtro de algodón o de papel celulósico, la micela filtrada se dejó en recipientes cerrados, a que sedimentara y posteriormente por un proceso de sifones se separó la micela del resto de polvo fino, que se pasó en el proceso de filtrado.

3.6.3 Segunda extracción relación 1:10

Después de realizada la primera extracción de la muestra, se agregaron 3 litros de hexano y se realizaron los mismos procedimientos que en la primera extracción.

3.6.4 Tercera extracción relación 1:5

A los 300 gramos que quedaron después de la segunda extracción se le agregaron 1.5 litros de hexano, y se realizaron los mismos procedimientos que en la primera extracción .

En esta etapa se realizaron otras extracciones de aceite a nivel planta piloto pero estas ya no guardaron la relación soluto - disolvente.

3.6.5 Separación del sistema micelar

Después del proceso de filtrado, se destiló cada una de las muestras en el rota vapor diferencial a una temperatura del baño de agua entre 80 y 90° C. y se determinó el peso del aceite y el volumen del hexano recuperado y su por ciento en cada caso. Posteriormente se realizó un balance de materia para, la semilla y para el disolvente, así como para la evaluación del proceso de extracción sólido-liquido.

3.6.6 Determinación de la densidad del aceite crudo

Se pesó una probeta de 100 ml de capacidad. Posteriormente se le agregó un volumen de 100 ml. de aceite crudo. La probeta con el aceite crudo se volvió a pesar en la balanza analítica, la formula utilizada para la determinación de la densidad es:

$$d = \frac{P}{v}$$

Donde:

P = Peso de la muestra de aceite.

V = Volumen de aceite.

3.6.7 Proceso de refinamiento del aceite a nivel escala planta piloto

Se refinaron 600 gramos de aceite crudo en un rota vapor diferencial.

3.6.7.1 Material Y Equipo

- Rota vapor diferencial.
- Vaso de precipitado de 1lt.
- Garrafón de 20 lts. de capacidad.
- Manguera de plástico de 1 metro para sifón.
- Embudo y papel filtro.

3.6.7.2 Reactivos

- Agua destilada.
- Hexano
- Sulfato de sodio anhidro.
- Hidróxido de potasio al 4%.

3.6.7.3 Procedimiento

1. Pesar 600 gr., de aceite crudo de calabacilla loca, y depositarlos dentro de un matraz de bola del rota vapor diferencial, y cargarlas con 12 litros de una solución de KOH al 4% y calentarlos a punto de ebullición entre 85° C y 90° C durante 30 min., de reflujo.
2. Terminados los 30 minutos de reflujo, se suspende el calentamiento y se enfría a 40° C.
3. Pasar el producto saponificado a un recipiente de 20 lts. y por medio de un sistema de sifón eliminar el agua.

4. Lavar 3 veces con agua destilada (2.5 – 3 lts.) c/u, y separar por un sistema de sifón.
5. Pasar el aceite al matraz de 20 lts., de capacidad y se agregar 2 lts., de hexano y 300 gr., de sulfato de sodio anhidro, calentar a una temperatura de 50° C por espacio de 10 min. con agitación.
6. Separar la micela del sulfato de sodio, a través de un embudo y un papel filtro.
7. Destilar el hexano y pesar el aceite obtenido.

3.6.8 Determinación de densidad del aceite refinado

Después del proceso de refinamiento se realizó una determinación de densidad del aceite. De la misma manera que el aceite crudo.

3.6.9 Proceso de decoloración y blanqueo

Al aceite refinado se le realizó un proceso de decoloración y blanqueo, con carbón activado.

3.6.9.1 Procedimiento

1. Pesar una muestra de aceite refinado de 100 gramos y colocarla en un matraz erlenmeyer de 250 mililitros, pesar 5 gramos de carbón activado y se mezclaron con el aceite (100 gr.)
2. Colocarlos en el sistema de calentamiento (baño de arena) y se mantuvo con una temperatura entre 80°C y 90° C, con agitación manual, con un tiempo de reflujo de 30 min.

3. Usar un sistema de filtración mediante el uso de un embudo cola corta y papel filtro, y se filtró a una temperatura entre 40° C y 50° C.
4. Pesar el aceite obtenido y realizar comparaciones respecto al aceite antes y después del tratamiento.

Se realizó un segundo experimento con carbón activado al 7%, el cual se realizó de la siguiente manera:

Se pesaron 415.94 gramos de aceite sin blanquear a los cuales se les adicionó un 7% de carbón activado. posteriormente se realizó un balance de materia para conocer la cantidad de materia entrante y de materia retenida en el sistema.

3.6.10 Análisis del aceite refinado

Se realizaron 4 análisis al aceite refinado: índice de acidez, índice de peróxidos, índice de yodo, e índice de saponificación. (según IUPAC 1964) (ver apéndice II)

3.7 Etapa 7: Degradación del aceite

3.7.1 Tratamiento de las papas

A las papas utilizadas en éste proceso de degradación se les realizó un tratamiento previo. Las papas se pelaron con pela papa, posteriormente con una rebanadora comercial, se rebanaron, con espesor aproximado de 1 a 1.5 mm, después fueron lavadas a presión con agua corriente y se dejaron escurrir en mallas.

3.7.2 Degradación del aceite de la calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

Se realizaron dos degradaciones del aceite de la calabacilla loca:

3.7.2.1 Primera degradación del aceite de calabacilla loca

En un sartén pequeño se colocaron 300 ml, de aceite de calabacilla loca, (sin antioxidante), y se elevó a una temperatura de 180° C, posteriormente se realizó fritura de las papa variedad alfa α , durante 3 horas, se tomó una muestra cada media hora, para su análisis (índice de yodo, índice de acidez, índice de peróxidos). Las técnicas utilizadas para este análisis se explican en el apéndice.

3.7.2.2 Segunda degradación:

La segunda degradación del aceite de calabacilla loca se llevó a cabo de la misma forma que la primera degradación.

3.7.3 Papas para realizar la evaluación sensorial

Las papas fueron fritas en 2 tipos de aceite: de calabacilla loca y de canola, de la siguiente manera:

La fritura fue obtenida durante las 2 etapas de degradación mencionadas anteriormente, con aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) y otra más con aceite de canola solo que usando para este proceso una freidora de 2 litros de capacidad, sin tomar en cuenta la cantidad de sal y uniformidad de la sal agregada a las papas.

3.8 Etapa 8: Pruebas de aceptación de las frituras

3.8.1 Evaluación sensorial

Se evaluaron dos tipos aceites: calabacilla loca cucúrbita (*foetidissima*) y aceite de canola, empleando como vehículo papa alfa, las papas utilizadas para esta evaluación son las que se frieron en la etapa 7. para esta evaluación se utilizaron dos tipos de pruebas: una triangular y una de aceptación.

3.8.1.1 Una prueba triangular y prueba de aceptación

En esta prueba se le preguntó al juez cual es la muestra diferente de acuerdo al sabor y que la subraye en cada par de muestras, hay 2 que se parecen y una que no.

En la prueba de aceptación se le pide al juez que indique la muestra que prefiere, tomando en cuenta el sabor.

3.8.1.2 El formato para la evaluación sensorial

Nombre: _____ Fecha _____

Muestra: PAPA FRITA.

Dos de estas muestras son idénticas y una diferente en cada par, por favor subraye la muestra diferente de acuerdo al sabor. Recuerde no tragar la muestra y enjuagarse la boca entre cada muestra.

PAR 1 727 832 583

PAR 2 625 419 261

¿Qué muestra (s) prefiere considerando sabor? Anote la (s) clave(s) _____

Comentarios en cuanto al sabor: _____

GRACIAS!!!!!!!!!!!!

3.8.1.3 Pasos para realizar la evaluación sensorial

- Se identificaron las muestras con un numero en la hoja :
727, 419, y 583 elaboradas con el aceite de calabacilla loca.
625, 832, y 261 elaboradas con el aceite de canola.
- La evaluación sensorial se realizó en el área de cárnicos del laboratorio de lácteos, colocando biombos para que cada juez realizaran la prueba.
 1. En un charola de plástico, se pegaron las etiquetas con los códigos de cada muestra y se ponen al centro del espacio del biombo # 1 (figura 2).
 2. Un vaso con agua #2 con un popote (figura 2)
 3. Un recipiente para desecho #3 (figura 2)
 4. El formato de registro de respuestas #4 (figura 2)
 5. Una servilleta #5 (figura 2)

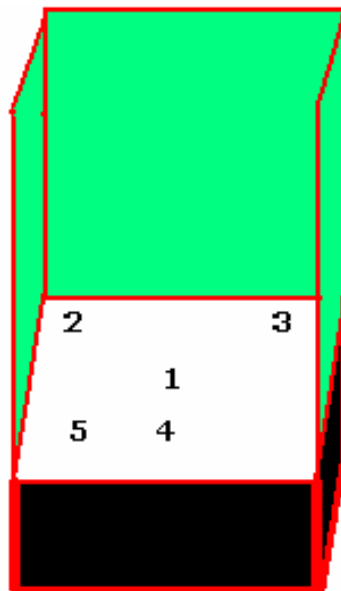


Figura 4. Biombos para evaluación sensorial

CAPITULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 Etapa 1: Primera recolección de los frutos

4.1.1 Extracción de semilla de los frutos recolectados en el norte (Saltillo)

Se analizó la semilla extraída de los frutos a través de una comparación de medias por el método de Tukey para cada una de las variables a tratar.

En la tabla 5 se presentan, las medias de cada grupo y la comparación de medias entre cada una de las variables planteadas con un nivel de significancia de ($p < 0.01$)

RANGOS DE TAMAÑO DE FRUTO	MEDIA DE GRAMOS DE SEMILLA POR FRUTO	MEDIA DE GRAMOS POR FRUTOS	MEDIA DE GRAMOS POR CADA 100 SEMILLAS
7.3 - 6.8	292.8571 ^a	11.2271 ^a	4.1000 ^a
6.6 - 6.1	272.5714 ^a	9.99429 ^{ab}	4.0429 ^a
6.1 - 5.9	266.3758 ^{ab}	9.2614 ^{ab}	3.6571 ^{ab}
5.8 - 5.5	238.0000 ^b	9.2425 ^{ab}	3.5375 ^b
5.4 - 5	228.8571 ^b	8.4543 ^b	3.5000 ^b

Tabla 5. Análisis de Comparación de Media por el Método de Tukey (semilla Norte).

En la tabla 5.0 se puede observar que para el contenido de semilla por fruto existen diferencias significativa ($p < 0.01$), ninguna de las medias son iguales por lo que se puede decir que la cantidad de semilla presente en el fruto esta en función del tamaño del fruto que lo contenga.

Para el peso de las semillas por frutos en la tabla 5 se muestra que hay diferencia en los rangos de 7.3-6.8 y 5.4-5, y los demás rangos no presentan diferencia, las semillas no poseen el mismo peso en cada uno de los rangos de frutos , ya que probablemente no todas las semillas alcanzan la madurez fisiológica.

De acuerdo a los resultados en cuanto al peso de 100 semillas se encontraron diferencias significativas ($p < 0.01$), debido probablemente a la edad de la planta.

4.1.2 Extracción de las semillas de los frutos recolectados en el sur (Chiapas)

Se analizó la semilla extraída de los frutos a través de una comparación de medias por el método de Tukey para cada una de las variables.

En la tabla 6.0 se presentan, las medias de cada grupo y la comparación de medias entre cada una de las variables planteadas con un nivel de significancia de ($p < 0.01$)

RANGOS DE TAMAÑO DE FRUTO	MEDIA DE GRAMOS DE SEMILLA POR FRUTO	MEDIA DE GRAMOS POR FRUTOS	MEDIA DE GRAMOS POR CADA 100 SEMILLAS
7.5-7.3	367.5714 ^a	11.7231 ^a	3.2258 ^a
7.2-7	335.1258 ^b	10.9139 ^b	3.1857 ^a
7-6.6	329.8571 ^b	10.5529 ^b	3.1571 ^a
6.5-6	279.4286 ^c	8.7409 ^c	3.1429 ^a
6-5	278.7143 ^c	8.3690 ^c	3.1143 ^a

Tabla 6.0 Resultados del análisis de comparación de medias de la semilla recolectada en Chiapas método Tukey ($p < 0.05$)

En la tabla 6.0 se puede observar que tocante a la cantidad de semilla por fruto existen diferencias significativas ($p < 0.05$), el número de semilla esta determinado por el tamaño del fruto. En cuanto al peso de la semilla por cada fruto el análisis estadístico reporta que si existe diferencia significativa ($p < 0.05$), esto esta determinado únicamente por el tamaño del fruto ya que el análisis del peso de 100 semillas reporto que no existe diferencia significativa ($p < 0.01$) entre cada media, por lo que la semilla del sur debido a su mayor precipitación, las semillas alcanza a desarrollar completamente, en cambio en las semillas del norte existe mucha diferencia en el peso de cada 100 semillas de calabacilla loca.

4.1.3 Comparación de la semilla del norte con la semilla del sur

Se utilizó una distribución t de student para saber si existen diferencias significativas entre las muestras del norte contra las del sur.

En la tabla 7 se presenta la media aritmética, desviación estándar y la desviación estándar cuadrada de cada una de las variables a tratar.

Norte	Media	Desviación estándar	Desviación estándar²
Tamaño de fruto	6.05	0.1040	0.0108
Semilla por fruto	258.64	8.0165	64.2641
Peso de semilla por fruto	9.60	0.3993	0.1594
Peso de 100 semillas	3.70	0.1054	0.0111
Sur			
Tamaño de fruto	6.6	0.1122	0.0126
Semilla por fruto	318.6	8.6403	74.6548
Peso de semilla por fruto	10.1	0.2799	0.0783
Peso de 100 semillas	3.2	0.0252	0.0006

Tabla 7.0 Resultados del análisis de comparación de media de la semilla del norte contra la del sur por distribución t de student.

En la tabla 8. Se presenta la distribución t de student para cada una de las variables estudiadas de la tabla .

	Tamaño de fruto	Semilla por fruto	Peso de semilla por fruto	Peso de 100 semillas
Distribución t student	21.5728	30.5234	6.1533	27.7350
T de tabla	2.381	2.381	2.381	2.381

Tabla 8 Resultados de la comparación de medias de la tabla 7 para cada variable estudiada.

De acuerdo a los valores de la tabla 8 de distribución t de student se puede apreciar que son mayores que los de tabla, para cada una de las variables.

Se observa que en cuanto a tamaño de fruto existen diferencias significativas ($p < 0.05$) entre ambas regiones estos se debe principalmente a la situación geográfica en donde se encuentra la planta, lo mismo sucede con el contenido de semillas por fruto y el peso de semilla por fruto, el peso de 100 semillas por fruto. Por lo que se concluye que los frutos del norte son mas pequeños, por lo tanto tienen menos cantidad de semillas, aunque el peso de 100 semillas es mayor en los frutos del norte que en los del sur, esto se debe probable mente a que la semilla en el sur con tiene mucha humedad y metabolitos, contrariamente a las semilla del norte que presentan menor humedad y por tanto mayor concentración de nutrientes.

4.1.4 Caracterización físico química de la calabacilla loca

En la tabla 9. se presentan los valores promedios de la caracterización físico-químicas de la calabacilla loca.

Determinación	%
Materia seca total	90.40
Humedad	9.6
Proteína	26.03
Fibra cruda	26.5
Cenizas	4.75
Lípidos extraíbles	34
Carbohidratos totales	23.12

Tabla 9. Caracterización físico química de la calabacilla loca (*Cucúrbita foetidissima*).

Se puede observar que el porcentaje de proteína, fibra cruda y extracto etéreo son altos, por lo que la calabacilla loca puede clasificarse como una fuente alimenticia potencial. Los datos obtenidos en el presente análisis de laboratorio, son semejantes a los obtenidos por Vasconcellos et al. (1981) y Shahani et al. (1951), el único porcentaje con mayor diferencia es el contenido de extracto etéreo en el cual es reportado un 24.3% y contra el resultado obtenido en el laboratorio que es de 34% de aceite crudo.

De acuerdo con la investigación realizada y que los diferentes investigadores que han estudiado la planta es posible considerarla como un cultivo de amplio potencial agroindustrial, como lo citó Curtis en (1946), quien reportó un 33% de aceite y un 34% de proteína en la semilla. Estos resultados dan clara evidencia del potencial nutritivo que posee esta planta.

Los nutrientes no pueden ser asimilados debido al sabor amargo de la calabacilla, aunque hay algunos autores como Moore 1990 que afirma que la semilla no presenta sabores amargos.

4.2 Etapa 2: Extracción de aceites con dos tipos de solventes

4.2.1 Primera extracción con éter de petróleo y hexano

En el Tabla 10. se describen los resultados obtenidos en los experimentos de extracción de aceite crudo de la calabacilla loca, con dos tipos de solventes orgánico: hexano y éter de petróleo.

En este estudio del contenido de aceite se utilizaron dos tipos de solventes hexano y éter de petróleo. La extracción se realizó por el método Soxhlet, se tomaron 6 muestras de 10 gramos de semillas molidas con un molino Willey con una malla descarga 2mm. refluendo durante 6 horas.

MUESTRA	%. Aceite crudo
Hexano	42.4
Hexano	42.9
Hexano	42.6
Éter de petróleo	43.4
Éter de petróleo	42.6
Éter de petróleo	42.6

Tabla 10. Extracción de aceite a nivel laboratorio, utilizando dos tipos de solventes (hexano y éter de petróleo).

En la tabla 10 se puede observar que los porcentajes de aceite crudo extraído con hexano es menor, que los porcentajes de aceite crudo extraído con éter de petróleo.

Para poder saber con una mayor seguridad, si existe diferencia significativa se aplicó un análisis de comparación de media por el método de distribución t de student; la cual demostró que no existen diferencias significativas entre los dos métodos de extracción, con un nivel de confianza de (0.05), se obtuvo que $T_c < T_{\text{tabla}}$ (1.8583 < 2.1318).

De acuerdo al análisis estadístico, se pueden usar cualquiera de los dos solventes en la extracción de aceite crudo ya que se obtendrían resultados similares.

El único inconveniente que presenta el éter de petróleo es su gran volatilidad al momento de realizar el proceso de extracción ya que se tiene que estar adicionando mas éter de petróleo, lo cual no sucede con el hexano.

Los datos obtenidos se asemejan a los datos obtenidos por Curtis, (1972), Berry (1974) y Anón (1977), estos autores encontraron de un 25.6 a un 42.8% de aceite crudo en la semilla de la calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*).

4.2.2 Segunda extracción con éter de petróleo y hexano

En la segunda extracción a nivel laboratorio se utilizaron 6 muestras de semilla de calabacilla loca molida con la malla 2 mm. y se le agregó la misma cantidad de solvente (300 ml) para ambos casos y se uso el mismo tiempo de contacto.

En la tabla 11 se presenta el tipo de solvente utilizado, la cantidad de muestra utilizada y el porcentaje de aceite crudo extraído.

Solvente	Peso de las muestras	% Aceite crudo
HEXANO	25.7790 gr.	31.13
HEXANO	30.0801 gr.	28.94
HEXANO	20.3870 gr.	30.15
HEXANO	20.7739 gr.	38.25
ETER DE ETROLEO	20.6162 gr.	37.36

Tabla 11. Porcentaje de aceite crudo obtenido con hexano y éter de petróleo.

En la tabla 11, se puede observar que los porcentajes de extracción son muy variados, esto se debe principalmente, a que la extracción del método de Soxhlet esta en función a la cantidad de materia a extraer y del tiempo de contacto entre el solvente y la muestra.

Los resultados de la tabla muestran que hay que tomar en cuenta que siempre que se adicione una mayor cantidad de muestra, el tiempo de extracción será mayor.

4.2.3 Tercera extracción

De acuerdo a los resultados obtenidos en las dos extracciones anteriores se decidió utilizar hexano.

En esta tercera extracción se tomaron muestras superiores a 10 gramos y se tomaron en consideración los resultados de la extracción numero dos (mayor cantidad de muestra mayor el tiempo de extracción) de 12 horas.

En la tabla 12. se representa el tipo de solvente utilizado, la cantidad de muestra y el porcentaje de aceite crudo obtenido.

MUESTRA	PESO DE LAS MUESTRAS	% PORCENTAJE DE ACEITE CRUDO.
Hexano	20.0328 GR.	31.71
Hexano	20.0049 GR.	31.38
Hexano	20.0096 GR.	32.66
Hexano	20.0002 GR.	31.26
Hexano	20.0123 GR.	31.38

Tabla 12. porcentaje de aceite crudo extraído con hexano.

En la tabla 12. se puede observar que los porcentajes de aceite obtenido no presenta diferencias entre ellas, pero se obtuvo un porcentaje muy bajo, al compararlo con los porcentajes de la extracción 1 (tabla 10), por lo que es posible concluir que la extracción por el método de Soxhlet sin contacto con la materia a extraer, es demasiado lenta y necesita un mayor tiempo de extracción.

El color del aceite obtenido en las extracciones es de color verde oscuro un poco rojizo, con olores a solvente (hexano o a éter de petróleo).

4.2.4 Extracción de aceite crudo de la calabacilla recolectada en el estado de Chiapas

Se realizaron 5 extracciones de aceite crudo de la semilla obtenida del estado de Chiapas, la cual fue molida con un molino Willey de malla 2 mm usando 10 gramos de semilla molida por cada una de las extracciones, usando hexano como medio de extracción (300 ml) con un tiempo de extracción de 6 horas.

En la tabla 13. se presenta el solvente utilizado y el porcentaje de aceite obtenido en cada una de las extracciones.

Muestra	% Aceite crudo
Hexano	31.8
Hexano	31.4
Hexano	32.7
Hexano	31.3
Hexano	31.4

Tabla 13. Porcentaje de aceite crudo de la semilla de Chiapas extraído con hexano.

En la tabla 13. se puede observar que el porcentaje de aceite crudo es menor que en la extracción de la muestra del norte (tabla 10), aunque el aceite obtenido es de color amarillo claro y con buena viscosidad.

Se realizó una prueba de comparación de medias por el método de Duncan y Tukey a la extracción de aceite crudo de la tabla 10 contra la tabla 13. para determinar si existe diferencia significativa entre los dos tipos de semillas.

En la tabla 14 se presenta la comparación de las media de las dos extracción de aceite crudo (norte y sur) por el método de Tukey con una diferencia significativa de ($p < 0.01$).

Tratamiento	Media
Extracción del norte	42 ^a
Extracción del sur	31.27 ^b

Tabla 14. Comparación de media de la extracción Norte y extracción sur.

En la tabla 14 se puede observar que los subíndice son diferentes, debido a que la prueba de comparación de medias arroja la existencia de una diferencia significativas en las medias, con una significancia de ($p < 0.01$), lo que significa que es probable que la semilla del norte procesa mayor cantidad de nutrientes ya que carece de precipitaciones abundante y por lo tanto la planta necesita procesar otro tipo de nutriente que le servirán para su proceso de reproducción, en cambio la semilla del sur posee una mayor cantidad de humedad.

Otra característica diferente es el color del aceite crudo; el aceite del norte es color verde oscuro tendiendo a rojizo y el aceite del sur presenta un color amarillo claro con una menor viscosidad.

En cuanto al color del aceite este se asemeja a los datos reportados por Vasconcellos (1981), el aceite extraído por este investigador fue suave en cuanto al olor y al gusto, el color varia de marrón rojizo oscuro a verde amarillo ligero en el color.

4.2.5 Extracción de cloruros en la semilla de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

En base a los resultados de la tabla 14, es posible establecer que la semilla del norte requiere de procesos de lavados, cuyo objetivo es la eliminación del color verde del aceite de la calabacilla loca, la eliminación del sabor amargo y la facilitación del proceso de filtrado para obtener el aceite crudo.

4.2.5.1 Determinación de cloruros en el agua de lavados de la semilla del norte (Saltillo)

Se realizaron 4 lavados a 2 kilogramos de semilla del norte, molidos con la malla de 2 mm. agregando 6 litros de agua en cada uno de los procesos de lavado, del agua de los lavados se tomó una muestra para determinar la cantidad de cloruros presentes en la semilla.

En la tabla 15 se presentan los lavados y los miliequivalentes por litros de cloruros presente en el agua utilizada para el lavado de la semilla.

Lavados	Milieq/ litros
L1	6
L2	1
L3	0
L4	0

Tabla 15 milieq., por litro de cloruros en el agua de lavado

En la tabla 15 se puede observar que la semilla presenta cloro en pequeñas cantidades que puede afectar el proceso de análisis del aceite crudo. Se observo que en el tercer lavado la semilla no presento cloruros lo que quiere decir que es suficiente dos procesos de lavados para eliminar el cloro presente en la semilla.

4.2.5.2 Extracción de aceite crudo de la semilla tratada con procesos de lavado con agua corriente

La semilla después del proceso de lavado se sometió a un proceso de deshidratado, en una estufa a una temperatura de 150° C por media hora, posteriormente se tomaron 3 muestras de semilla molida con la malla de descarga 2mm. y con cuatro procesos de lavados. Esa muestras fueron sometidas a extracción por 6 horas con una cantidad de solvente de 300 ml.

En la tabla 16. se presenta el tipo de solvente y el porcentaje de aceite obtenido después de la extracción de cloruros.

Solvente	%DE ACEITE.
Hexano	39.550
Hexano	39.546
Hexano	39.547

Tabla 16 Porcentaje de aceite crudo extraído de la semilla tratada con agua corriente.

Comparando la tabla 16 contra la tabla 12, se puede observar que los porcentajes de aceite crudo obtenidos en la tabla 16 son menores, que los porcentajes de la tabla 12 (extracción sin lavado).

Como se puede observar los rendimientos son bajos, pero posee una gran ventaja frente a las extracciones de aceite del norte (Saltillo), ya que el aceite obtenido con un tratamiento previo, presenta un color amarillo claro, debiéndose principalmente a que la mayoría de los colorantes solubles se eliminaron con este proceso de lavado y la harina después de la extracción del aceite presentó muy poco sabor amargo, debido principalmente a las cucurbiticinas (terpenoides tetracíclicos) y sapogeninas que pueden ser eliminados por procesos de lavados Merck (1983) que pueden ser utilizados como jabón para lavar o bien para procesos farmacéuticos y para algunos plaguicidas.

4.2.6 Determinación del índice de acidez

En la tabla 17. se representan los índices de acidez de cada uno de los aceites extraídos con hexano, éter de petróleo y del aceite extraído con hexano con tratamiento de lavado con agua corriente.

Solvente	Índice de acidez
Hexano	52
Éter de petróleo	31.98
Hexano (previo tratamiento con H ₂ O)	27.48

Tabla 17. Índice de acidez de la extracción con hexano, éter de petróleo y con tratamiento con agua.

En la tabla 17 se puede observar que la muestra extraída con hexano posee un índice de acidez mayor que las demás, lo que significa que el hexano extrae mayor cantidad de impurezas, pero con el tratamiento previo de la muestra con agua este índice de acidez disminuye considerablemente más que el éter de petróleo.

El éter de petróleo es un solvente que posee un índice de acidez menor que la extraída con hexano, aunque extraen los mismos porcentajes de aceites crudos, el éter de petróleo extrae menor cantidad de impurezas.

El mejor índice de acidez es el del aceite crudo extraído con hexano, pero con un lavado previo, lo que muestra que el tratamiento con agua a pesar de dar menores porcentajes de aceite, presenta menor porcentaje de impurezas y por tanto mayor rendimiento al momento del refinado.

4.3 Etapa 3: Segunda recolección de frutos

4.3.1 Métodos de extracción y secado de la semilla

Para la extracción de la semilla de la calabacilla loca se usaron dos métodos: manual y mecánico; siendo el más adecuado el mecánico, ya que es menos laborioso, más rápido y proporciona mejores rendimientos. Así mismo se probaron dos tipos de secado para las semillas: solar y deshidratación en estufa, en el cual el solar dio mejores resultados ya que la semilla se desprendía con mayor facilidad y conservaba mejor sus características sensoriales.

4.4 Etapa 4: Análisis del tamaño de partícula optima

4.4.1 Determinación de la densidad de la semilla

La tabla 1.1 se presenta los resultados de la densidad de la semilla de calabacilla loca (*cucúrbita foetidissima*).

Tipo De Balanza	Densidad
Densidad en la balanza granataria	0.44 gr / cm ³
Densidad en la balanza analítica	0.44 gr / cm ³

Tabla 18. Densidad de la semilla de calabacilla loca en dos tipos de balanzas

En la tabla 18 se aprecia que la semilla de la calabacilla loca no es muy dura en comparación con otros tipos de semillas como el maíz, entre otras.

4.4.2 Análisis granulométrico

Se realizaron varias moliendas a diferentes tiempos, para determinar el tamaño de partícula y el tiempo de molienda óptimo.

4.4.2.1 Análisis granulométrico de la reducción de partícula en el molino cerámico

Se realizaron 3 procesos de molienda en el molino cerámico (es más higiénico que los demás molinos), tomando 500 gramos de la semilla de calabacilla loca (*Cucúrbita foetidissima*) y colocándolos en el molino al cual se le agregaron carga de 1400, 2800, y 4200 gramos de bola cerámico, respectivamente para cada ensayo, con un tiempo de molienda de 10 minutos a 80 r.p.m.

En la tabla 19 se presenta un análisis granulométrico de 100 gramos de muestra obtenida en este proceso. En esta tabla se representa el peso observado en gramos, el porcentaje observado, el porcentaje corregido y el porcentaje liberado.

N° Malla	W.Ob. (Gr.)	% Ob.	% Corr.	%Lib.
8	92	92	89	11
10	3	3	3	8
14	4	4	3	5
40	5	5	3	2
65	3	3	2	0
85	3	3	0	0
100	0	-	0	0
140	0	-	0	0
Total	110 gr.	103 %	100%	26%

Tabla 19 Análisis granulométrico molino cerámico

En la tabla 20 se presenta el análisis granulométrico de 100 gramos de muestra de la semilla molida con el molino cerámico con una carga de 2800 gr. En esta tabla se representan, los pesos observados o retenidos en cada tamiz, el porcentaje observado, el porcentaje corregido y el porcentaje liberado.

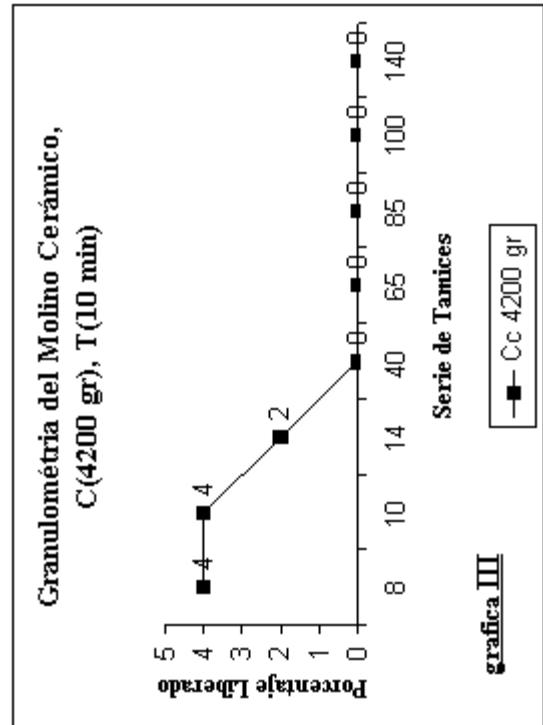
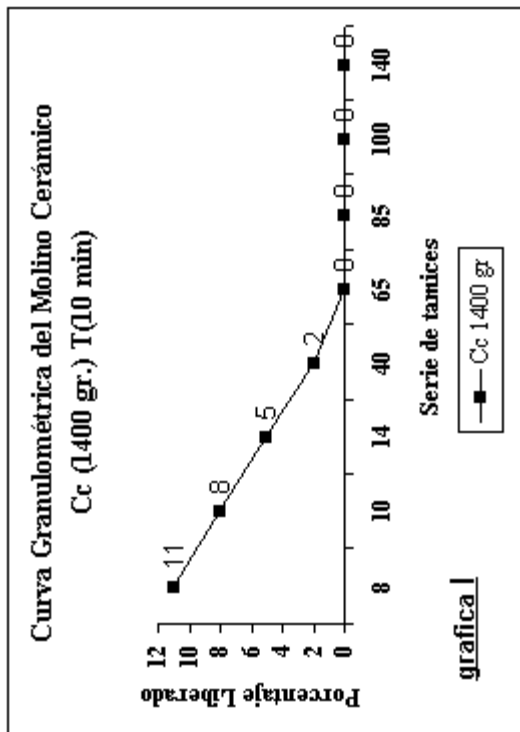
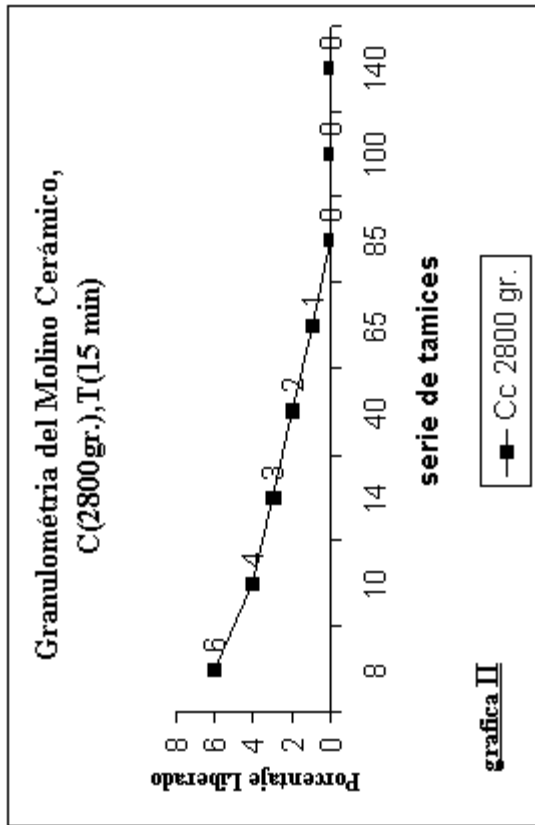
N° Malla	W.Ob. (Gr.)	% Ob.	% Corr.	%Lib.
8	98	98	94	6
10	2	2	2	4
14	5	5	1	3
40	5	5	1	2
65	1	1	1	1
85	1	1	1	0
100	0	-	0	0
140	0	-	0	0
Total	112 gr.	112 %	100%	16%

Tabla 20. Análisis granulométrico de la molienda con molino cerámico (carga bola cerámica 2800 gr.)

N° Malla	W.Ob. (Gr.)	% Ob.	% Corr.	%Lib.
8	97	97	96	4
10	0	0	0	4
14	2	2	2	2
40	3	3	2	0
65	0	0	2	0
85	0	0	0	0
100	0	0	0	0
140	0	0	0	0
Total	102 gr.	102 %	100%	10%

En la tabla 21. Análisis de 100 gramos de muestra, de la molienda en el molino cerámico con carga de 4200 gramos.

4.4.2.1.1 Representación grafica de las moliendas con molino cerámico



Observando las tablas 19, 20, y 21, el molino cerámico no es capaz de reducir el tamaño de partícula aun que se aumente la carga circulante dentro del molino esto se puede apreciar en las graficas I, II, III, donde se observa que el tamaño de partícula aún es muy gruesa y que a medida que se aumenta la carga circulante disminuye el porcentaje de molienda. Por lo que mayor carga circulante menor es la molienda en el molino cerámico, debido probablemente a que a una mayor carga, la caída libre y el deslizamiento de las bolas cerámicos es más lento por lo que no es capaz de romper las semillas.

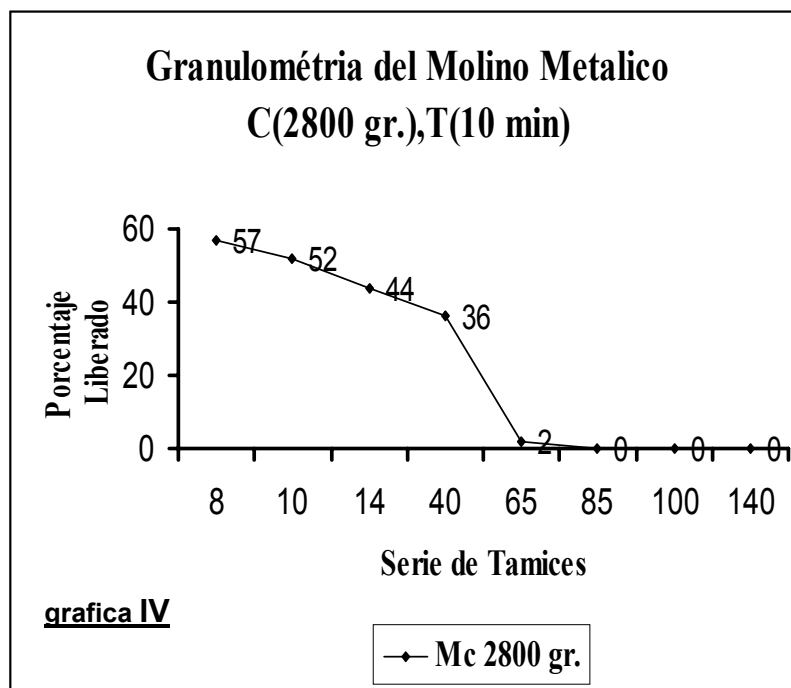
4.4.2.2 Proceso de reducción de partícula de la calabacilla loca en un molino Tubular

Después del análisis granulométrico de la molienda en molino cerámico, se realizó otro proceso de molienda en un molino tubular, esperando una mejor reducción de tamaño. Usando 500 gramos de muestra, a los cuales se le adicionaron 2800 gramos de carga bolas metálicas, un tiempo de 10 minutos a 80 r.p.m.

En la tabla 22. se puede observar el análisis granulométrico de 100 gramos de muestra obtenidos a partir del molino metálico. Presentándose los tamices, pesos observados en cada unos de los tamices, el porcentaje observado, el corregido y el liberado.

N° Malla	W.Ob. (Gr.)	% Ob.	% Corr.	%Lib.
8	58	58	43	57
10	15	15	5	52
14	8	8	8	44
40	18	18	8	36
65	51	51	34	2
85	2	2	2	0
100	0	0	0	0
140	0	0	0	0
Total	152 gr	152 gr	100%	191%

Tabla 22. Análisis granulométrico de 100 gramos de muestra de la molienda con molino metálico



Observando la tabla 22 y la grafica IV, que la cantidad que en el tamiz # 8 se queda atrapado un 43 % de semilla, lo que nos da entender que es una partícula muy gruesa o casi entera, el otro porcentaje que pasa es un polvo muy fino que es retenido en el tamiz # 40 , por lo que esta molienda esta compuesta en su totalidad de partícula muy gruesa y la otra parte por una partícula muy fina que puede originar problemas de filtración, por lo que esta molienda no es representativa ya que la su distribución no es uniforme de cuerdo con las Normas Colombianas (32, 77, 174) que considera que una buena granulometría es aquella que está constituida por partículas de todos los tamaños, de tal manera que los vacíos dejados por las de mayor tamaño sean ocupados por otras de menor tamaño y así sucesivamente.

4.4.2.3 Determinación de tiempo de molienda en el molino Willey de malla de descarga 2mm.

Se tomó una muestra de 500 gr., los cuales se dividieron en 5 muestras de 100gr., con diferente tiempo de molienda : 1'30'', 2'30, 3', 4', 5'.

En la figura 4. se presentan dos tipos de curvas la curva (% molido) y la curva (No molido) que representan los resultados de la molienda en este molino con una malla 2 mm en función al tiempo de molienda.

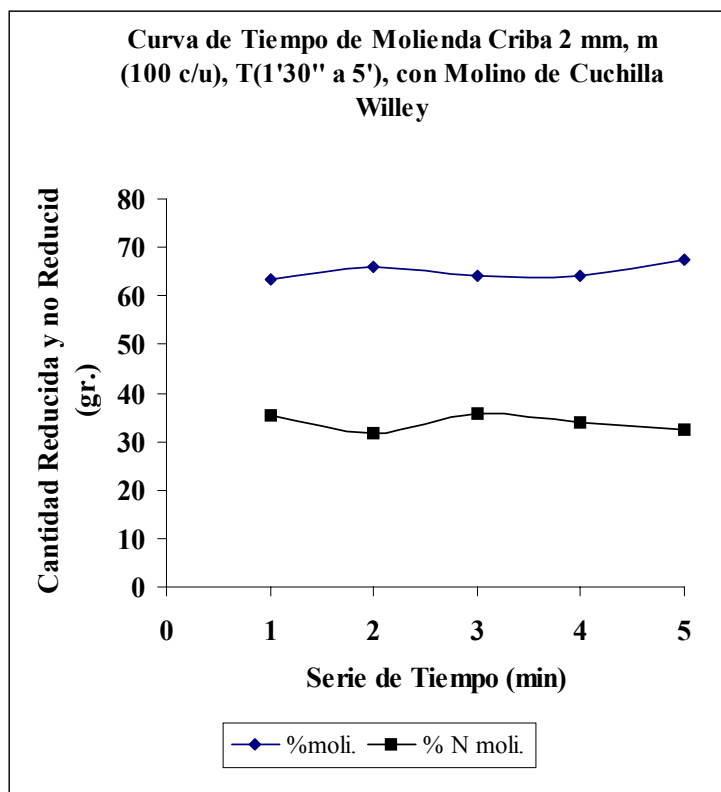


Fig. 6 Curva de tiempo de molienda de 100 gramos de muestra
Tiempos de (1'30", 2' 30", 3', 4', 5')

En la figura 4. se puede observar que la curva de % molido (%moli), que representa los gramos molidos en función del tiempo, sigue una trayectoria recta y la curva % no molido (N moli.), que representa los gramos no molidos, sigue una trayectoria casi recta.

Lo anterior significa que en la molienda en un molino de cuchillas Willey; la cantidad entrante debe ser igual a la obtenida, por lo que en este caso el tiempo de molienda no es tan importante, ya que es un proceso continuo en el cual no hay cambios físicos ni químicos de la semilla de calabacilla loca.

La partícula óptima según Mabrouk. A. F.(1956) para una extracción es aquella, que posea la mayor superficie de contacto con el solvente.

Con la malla de descarga 2 mm. es posible obtener una partícula en la cual hay una amplia superficie de contacto, por lo tanto se extrae el aceite presente en la semilla casi en su totalidad, sin embargo a nivel industrial origina problemas en el momento de filtración, por lo que se debe buscar un tamaño de partícula en la cual se obtenga la máxima extracción de aceite crudo, y cuyo tamaño sea uniforme con poca partícula fina que afecte el proceso de filtrado.

Si el proceso de molienda de la semilla se hubiera realizado de una manera continua el 87.6454 % se hubiera reducido a 2 mm.

4.4.2.4 Representación grafica de la reducción de partícula por molienda con molino Willey

En la grafica “a” se presenta la serie de tamices y los porcentajes liberados de la molienda con la malla de descarga 2.5 mm² con un tiempo de molienda de 40 segundos.

En la grafica “b” se presenta la serie de tamices y los porcentajes liberados de la molienda con la malla de descarga 2.5 mm² con un tiempo de molienda de 60 segundos.

En la grafica “c” se presenta la serie de tamices y los porcentajes liberados de la molienda con la malla de descarga 2.5 mm² con un tiempo de molienda de 90 segundos.

Observando las graficas **a, b, c** se puede apreciar claramente que todas poseen el mismo comportamiento y de tal forma que es posible mencionar que el tiempo de molienda en un molino de cuchilla Willey no ejerce influencia alguna en el tamaño de la partícula sino que es la misma en el todos los tiempos, con esto se comprueban los resultados obtenidos en la grafica 4 anteriormente mencionado (en un molino de cuchilla Willey el tiempo no tiene influencia alguna en el tamaño de partícula final ya que es un sistema en el cual la entrada de producto es igual a la salida del mismo).

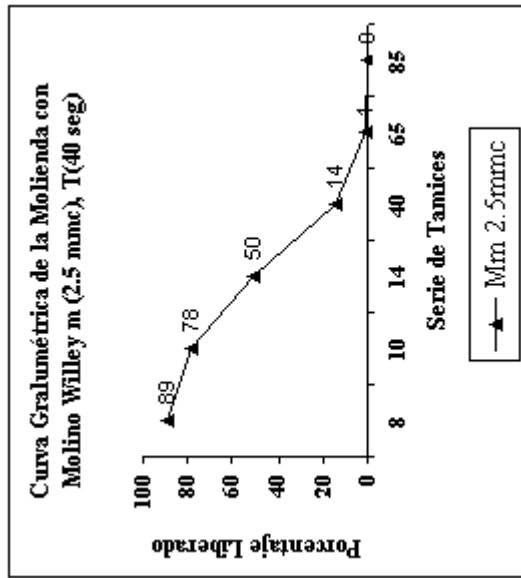


Figura "a" curva granulométrica molienda Willey.

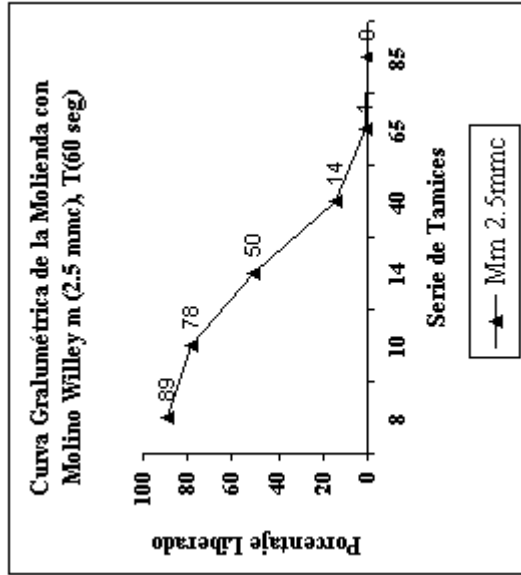


Figura "b" curva granulométrica molienda Willey.

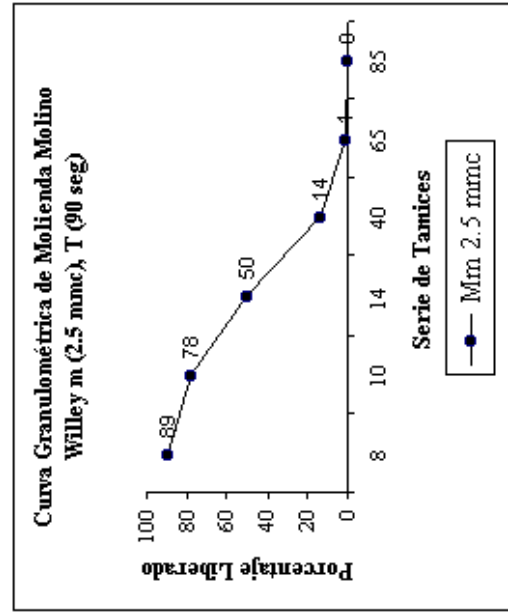
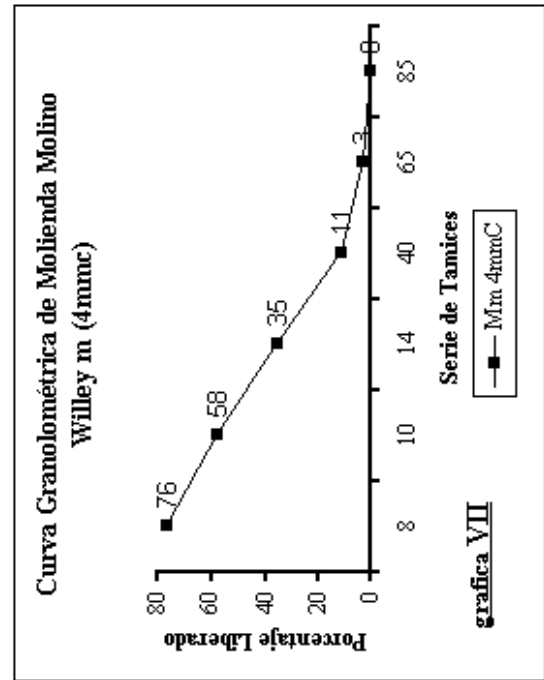
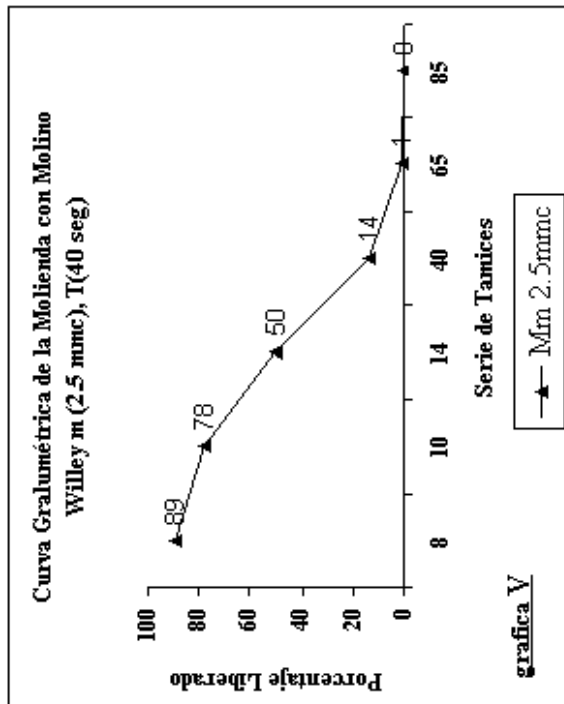
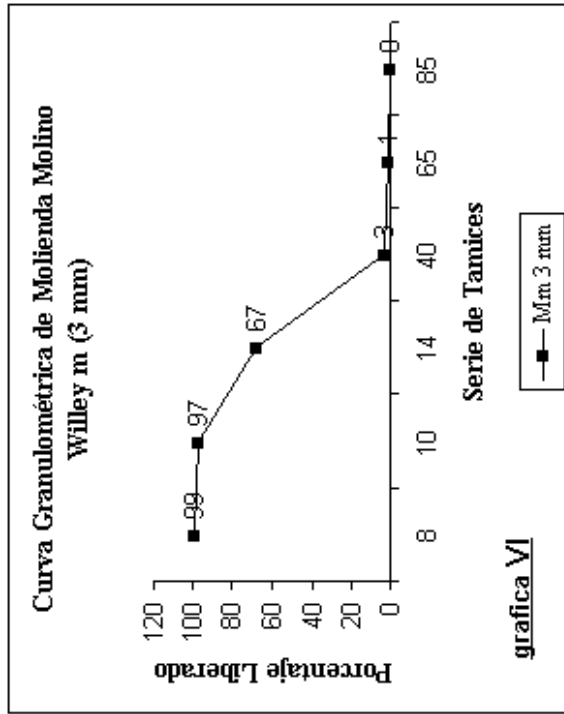


Figura "c" curva granulométrica molienda Willey.

4.4.2.5 Segunda reducción tamaño de partícula con el molino Willey con malla de descarga 2.5 mm² y 4mm².



En la grafica **V** se presenta la curva granulométrica de la molienda en el molino de cuchilla Willey con una malla de descarga 2.5 mm². En esta grafica se puede observar que la distribución es uniforme y se obtienen partículas de muy diversos tamaños, por lo que este tamaño de partícula es la óptima para tomarla como patrón para las extracciones posteriores.

En la grafica **VI** se representa la curva granulométrica de la molienda en el molino Willey con una malla de descarga 3 mm, en esta curva se puede observar que en el análisis granulométrico existe una distribución uniforme de la partícula en la serie de tamices, esta curva presenta que en los tamices #14 y #40 es donde se presenta la mayor cantidad retenida, por lo que esta molienda con este tipo de malla, es apropiada para la extracción de aceite de la semilla de calabacilla loca.

En la grafica **VII** se presenta la curva granulométrica de la molienda con molino Willey en malla de descarga 4 mm². En esta curva se puede apreciar que tiene una distribución uniforme, se presentan partículas muy gruesa.

4.5 Etapa 5: Extracción a nivel laboratorio

4.5.1 Determinación del tiempo optimo de extracción

4.5.1.1 Primera extracción de aceite de calabacilla loca

Se tomaron 10 gramos de muestra de la semilla molida con el molino Willey con malla de descarga 2.5 mm², los cuales se sometieron a extracción con tres diferentes concentraciones: 1:20, 1:10 y 1:5.

En la tabla 23 se presentan los resultados de la primera extracción con la malla de descarga 2.5 mm², en ella se observan las relaciones utilizadas, el volumen inicial de solvente, el recuperado, el porcentaje de aceite obtenido en cada una de las extracciones, el porcentaje recuperado de hexano y la cantidad de solvente perdido.

RELACIÓN	ML. DE SOLVENTE	VOLUMEN INICIAL	VOLUMEN RECUPERADO	% RECUPERADO	% PERDIDA DE SOLVENTE
1:20	200	169 ml	153 ml	76.50	23.50
1:10	100	73 ml	45 ml	45.0	55
1:5	50	35 ml	28 ml	56.0	44
Total	350			177.50	

Tabla 23. Resultados del tiempo óptimo de extracción con relaciones (1:20, 1:10, 1:5)

RELACIÓN	% DE ACEITE	ML. DE ACEITE
1:20	21.88	2.19
1:10	7.019	0.771
1:5	4.4	0.44
Total	33.3%	3.4

Continuación de la tabla 23.

En la tabla 23 se puede observar que el porcentaje de aceite obtenido es de un 33.4 % en tres extracciones y lo que se pierde en total de hexano es de casi la mitad de lo que entra, esto se debe a que la semilla adsorbe casi un 30 % de este en 10 gramos de semilla y el restante se pierde en el manejo.

4.5.1.2 Segunda extracción de aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

En esta segunda extracción se tomaron 10 gramos de muestra de la semilla de calabacilla loca, reducida con una malla de descarga 2.5 mm², los cuales se sometieron a un proceso de extracción, con relaciones de 1:30, 1:20, 1:15.

En la tabla 24. se representa el volumen inicial de hexano, el volumen recuperado, y el porcentaje de aceite.

RELACIÓN	VOLUMEN INICIAL	VOLUMEN RECUPERADO	% DE ACEITE
1:30	250 ml	222 ml	22.16
1:20	180 ml	172 ml	5.45
1:15	140 ml	122 ml	3.02
total			30.63

Tabla 24. Extracción de aceite crudo con hexano relaciones (1:30, 1:20, 1:15)

En la tabla 24 se puede observar que la cantidad de aceite obtenido es menor que en la tabla 23, esto quiere decir que la cantidad de aceite extraído no esta en función de la cantidad de hexano adicionado.

4.5.1.3 Tercera extracción a nivel laboratorio usando un molino Willey con una malla de descarga 2.5 mm²

En esta tercera extracción se usaron las mismas relaciones que en el experimento uno (tabla 23), pero la única diferencia es el tiempo de contacto del solvente con la semilla molida.

4.5.1.3.1 Las relaciones usadas en este experimento son:

Extracción 1 relación 1: 20 (10gr.: 200 ml.)

Extracción 2 relación 1: 10 (10gr.: 100 ml.)

Extracción 3 relación 1: 5 (10gr.: 50 ml.)

En la tabla 25 se presenta el volumen de micela, el volumen recuperado, el porcentaje recuperado, y el porcentaje de aceite extraído de cada unas de las extracciones.

Extracción	Vol. Micelar	Volumen Recuperado	% Recuperado	% De Aceite
1	170 ml.	150 ml.	88.24	20
2	90 ml.	90 ml.	100	10
3	30 ml.	30 ml.	100	1
Total				31

Tabla 25 Extracción de aceite crudo de calabacilla loca relación (1:20, 1:10, 1:5)

En la tabla 25 se puede observar que a los 5 minutos, la cantidad de aceite extraído es la misma que la de la extracción uno (tabla 23), con esto es posible decir que el tiempo optimo de extracción para este tipo de semilla es de 5 minutos.

4.5.2 Índice de acidez del aceite obtenido en las extracciones

Se tomo una muestra de un gramo de aceite de calabacilla loca para determinar el índice de acidez, la cual se presentó porcentaje de ácido oleico, ácido palmítico, ácido láurico.

El porcentaje de acidez presente en el aceite crudo de calabacilla loca fue de 53.29%.

En la tabla 26, se expresa el índice de acidez de algunos ácidos grasos presentes en el aceite.

ÁCIDO GRASO PRESENTE	PORCENTAJE
Ácido oleico	53.58
Ácido palmítico	48.64
Ácido esteárico	38

Tabla 26, Índice de acidez de los aceites extraídos.

En la tabla 26 se puede observar los resultados de representar el índice de acidez de la calabacilla loca, estos resultados únicamente se usaron para determinar la cantidad de sosa a utilizar. Algunos investigadores como Non (1997) y Shahani et al (1951) reportan que la calabacilla loca presenta un 7.8% de ácido palmítico, 3.6% de ácido esteárico, 27.0% ácido oleico y un 61.5 % ácido linoleico.

4.5.3 Refinado a nivel laboratorio

Se realizó un proceso de refinamiento del aceite a nivel laboratorio en el cual se tomaron muestras de 5 ml. y 10 ml. la adicción del NaOH, esta en función de ácido graso presente en mayor proporción en el aceite crudo de calabacilla loca.

En la tabla 27, se presenta los gramos de aceites a refinar y los gramos obtenidos después del refinado del aceite con NaOH.

GRAMOS DE ACEITE CRUDO A REFINAR	GRAMOS REFINADOS
5 gramos	2 gramos
10 gramos	4 gramos

Tabla 27, Refinado de aceite de la calabacilla loca.

En los resultados obtenidos en la tabla 27, se puede observar que después del refinado del aceite el aceite se redujo un 60% de la cantidad entrante y quedando así un 40% de aceite refinado.

Tomando en cuenta los resultados obtenidos es posible decir que sí en 300 gr de muestra de calabacilla loca se obtiene un 30 % de aceite crudo (90 gr.), entonces después de refinado se obtendrá un 40 % de aceite refinado (36 gr.), del 30% de aceite crudo.

4.5.4 IR por espectroscopia infrarroja por Refractancia total atenuada (ATR) del aceite refinado de calabacilla loca

Se realizaron dos IR, uno para el aceite sin un proceso de blanqueo y el otro para el aceite con blanqueo con carbón activado.

En la figura A, se puede observar los dos IR practicados al aceite de calabacilla loca donde (a) representa el aceite refinado de calabacilla loca en proceso de blanqueo y (b) aceite refinado con blanqueo.

En la figura B, se muestran los mismos muestra los mismos IR pero de una forma sobrelapados para mostrar la diferencia entre los dos IR.

Interpretación de IR practicado:

Observando la figura B, se puede ver que los IR no difieren sino que siguen teniendo la misma forma, la única diferencia que se presenta entre los dos IR es la concentración pero es mínima.

Existe un 0.896 de semejanza al: metil linoleato natural, al etil palmitato, al ácido linoleico y ácido oleico.

EL IR del aceite de calabacilla loca, de una manera cualitativa muestra que presenta muchos parecidos a los ácidos grasos antes mencionados, lo que quiere decir que el IR del aceite de calabacilla muestra una mezcla de ácidos grasos.

El que probablemente se encuentre en mayor proporción es el ácido oleico ya que su IR es muy parecido al IR del aceite de calabacilla loca.

Los otros IR presentan los picos que presenta el aceite de calabacilla loca la única diferencia en ellos es la posición de estos, pero esto no descarta que el aceite de calabacilla loca contenga estos ácidos grasos.

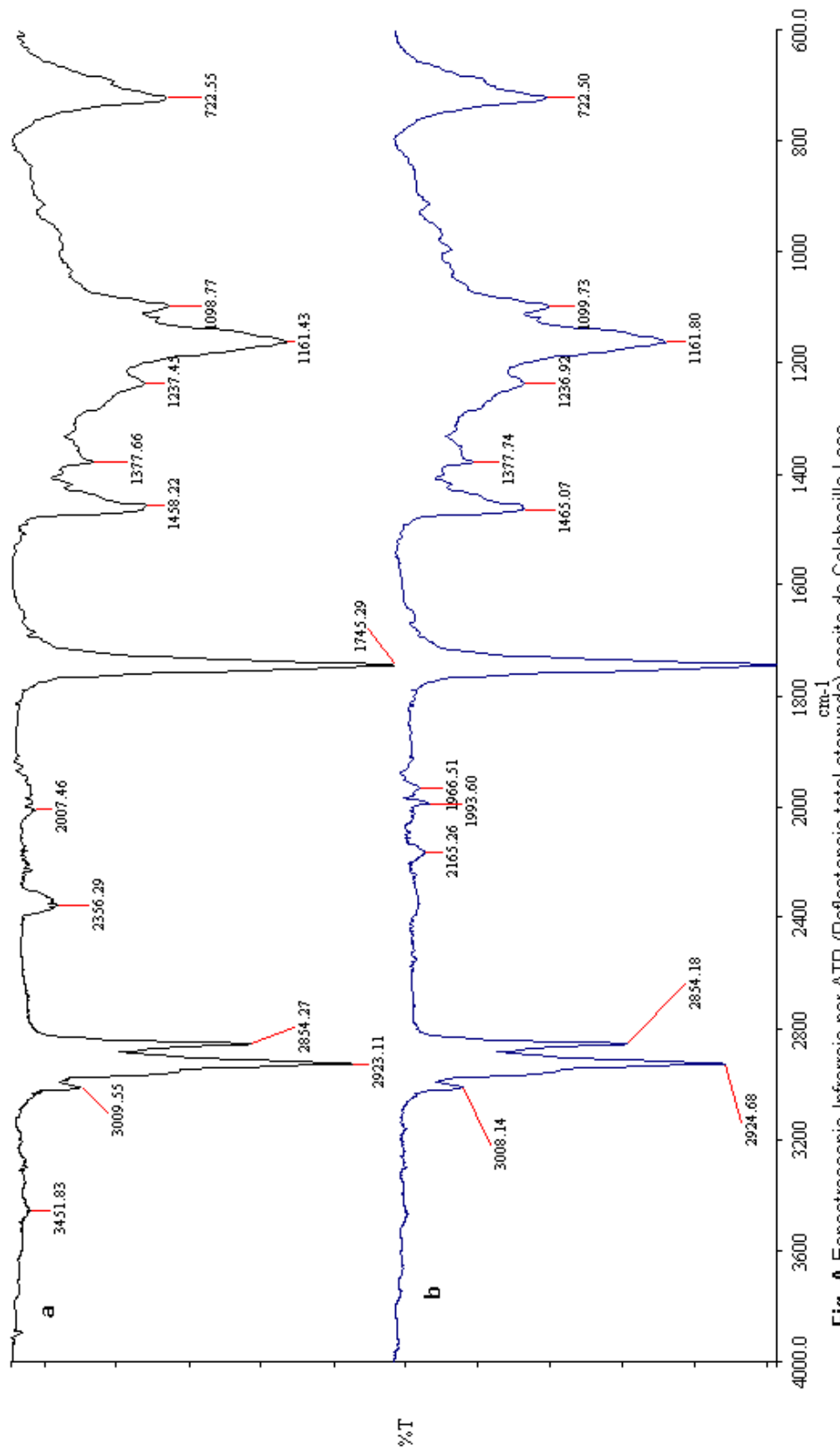


Fig. A Espectroscopia Infrarroja por ATR (Reflectancia total atenuada) aceite de Calabacilla Loca (*Cucurbita foetidissima*) (a) Aceite sin Blanqueo y (b) Aceite con Blanqueo.

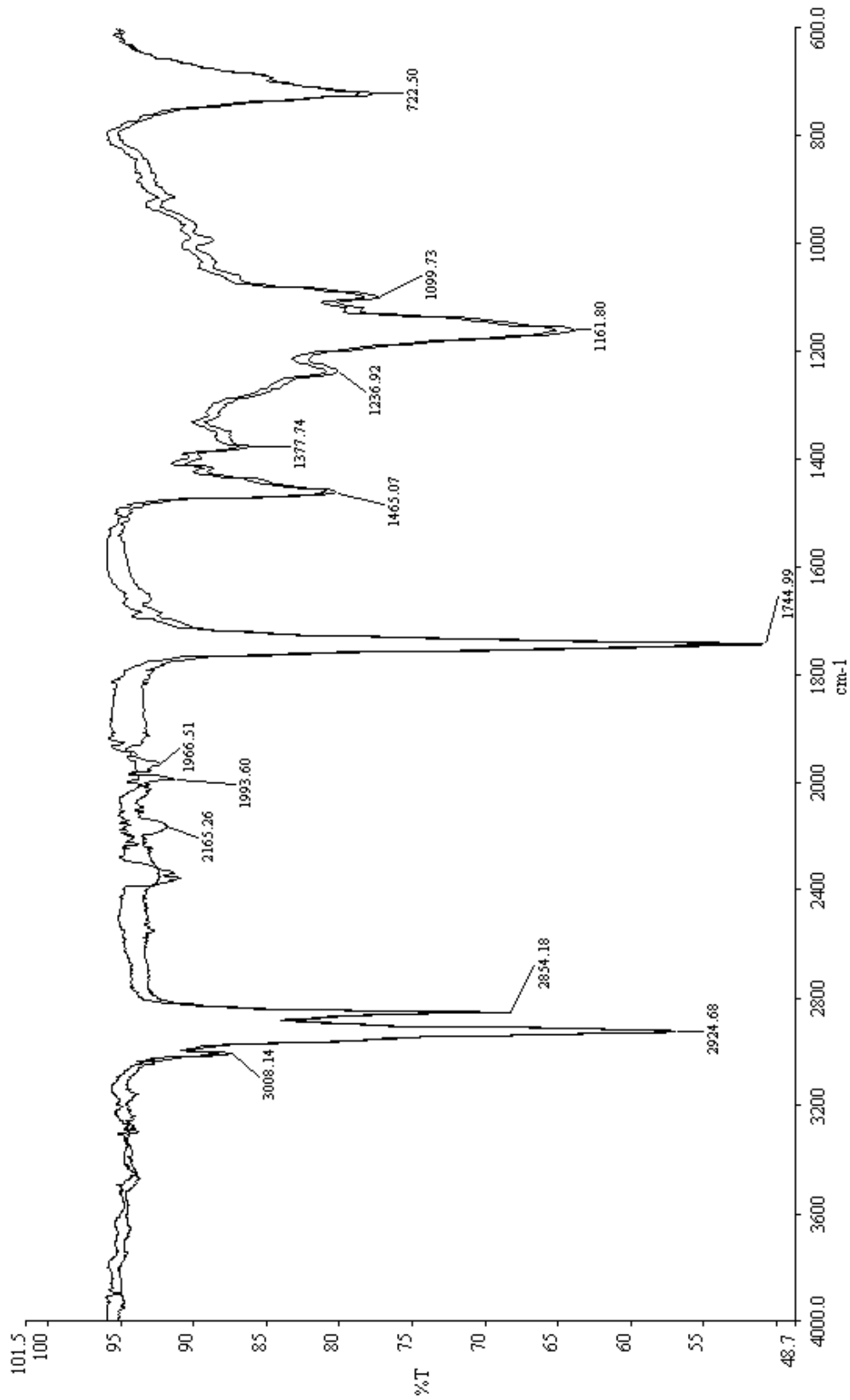


Fig. B Espectros de Espectroscopia Infrarroja por ATR (Reflectancia total atenuada) aceite de Calabacilla Loca (*Cucurbita foetidissima*) (a) Aceite sin Blanqueo y (b) Aceite con Blanqueo. Diferencias de los espectros sobrelapados.

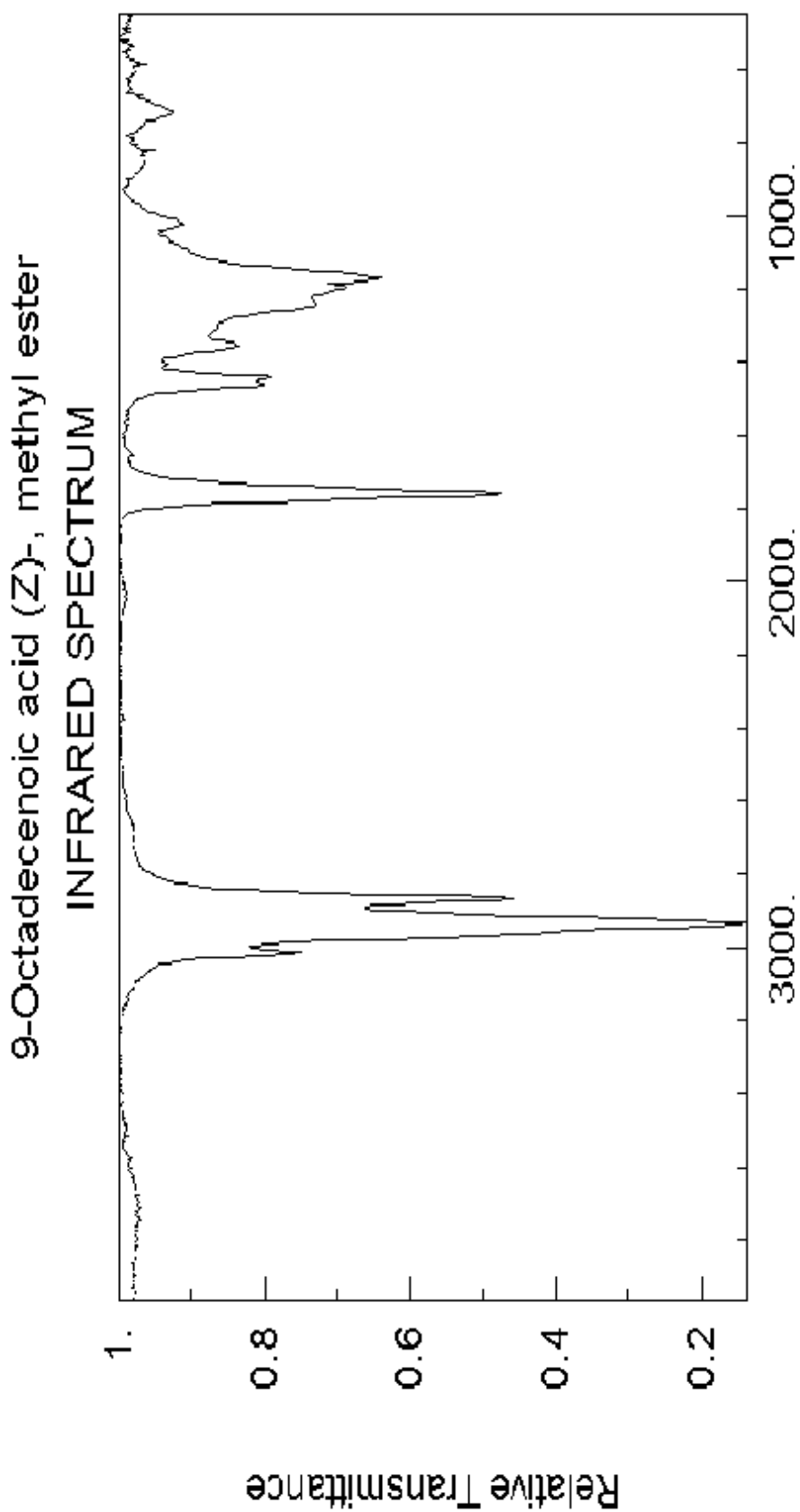


Figura C IR espectro infrarrojo ácido oleico (NIST chemistry. WebBook
(<http://www.webbook.nist.gov>)

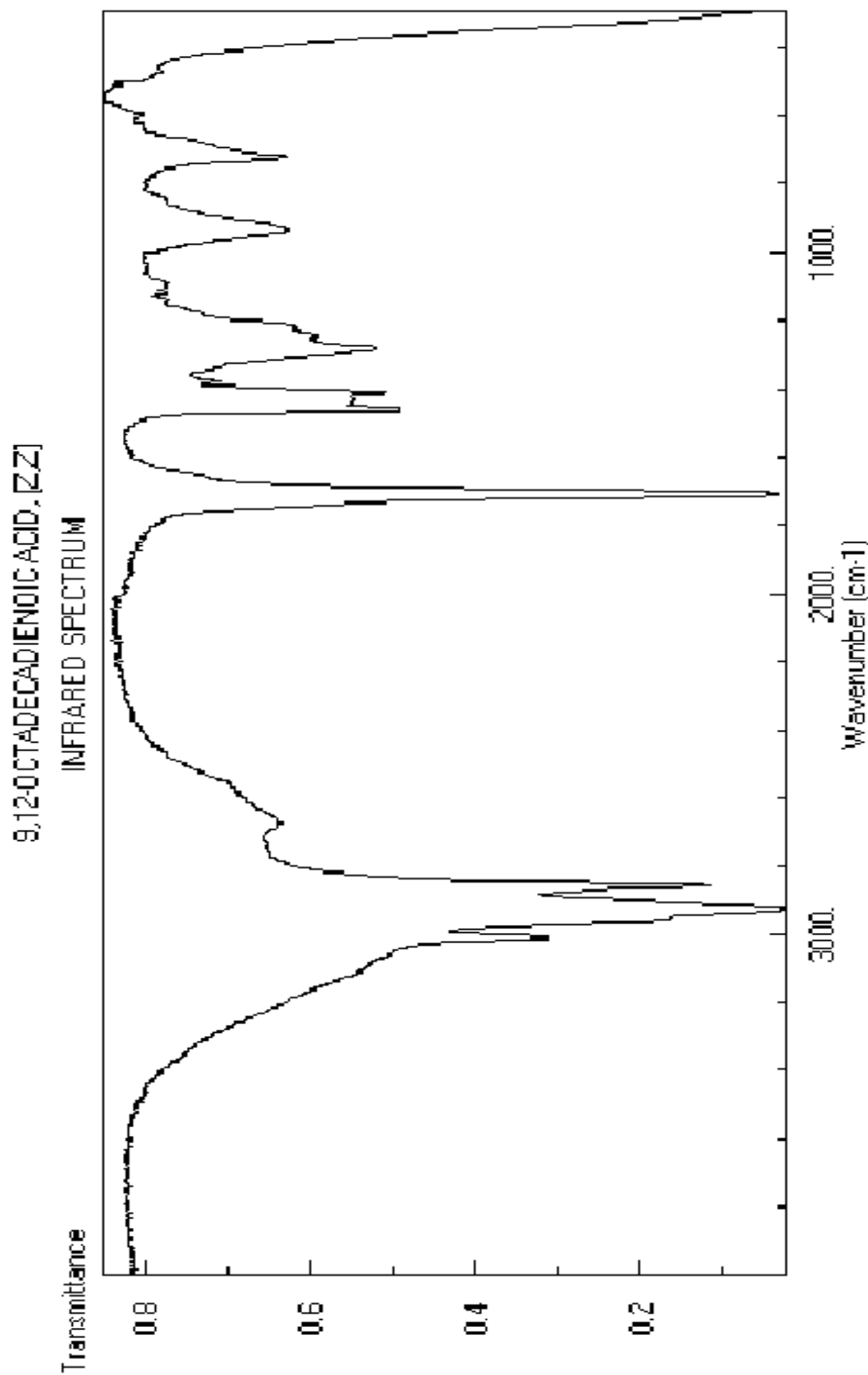


Figura D IR espectro infrarrojo ácido linoleico NIST chemistry.WebBook(<http://www.webbook.nist.gov>)

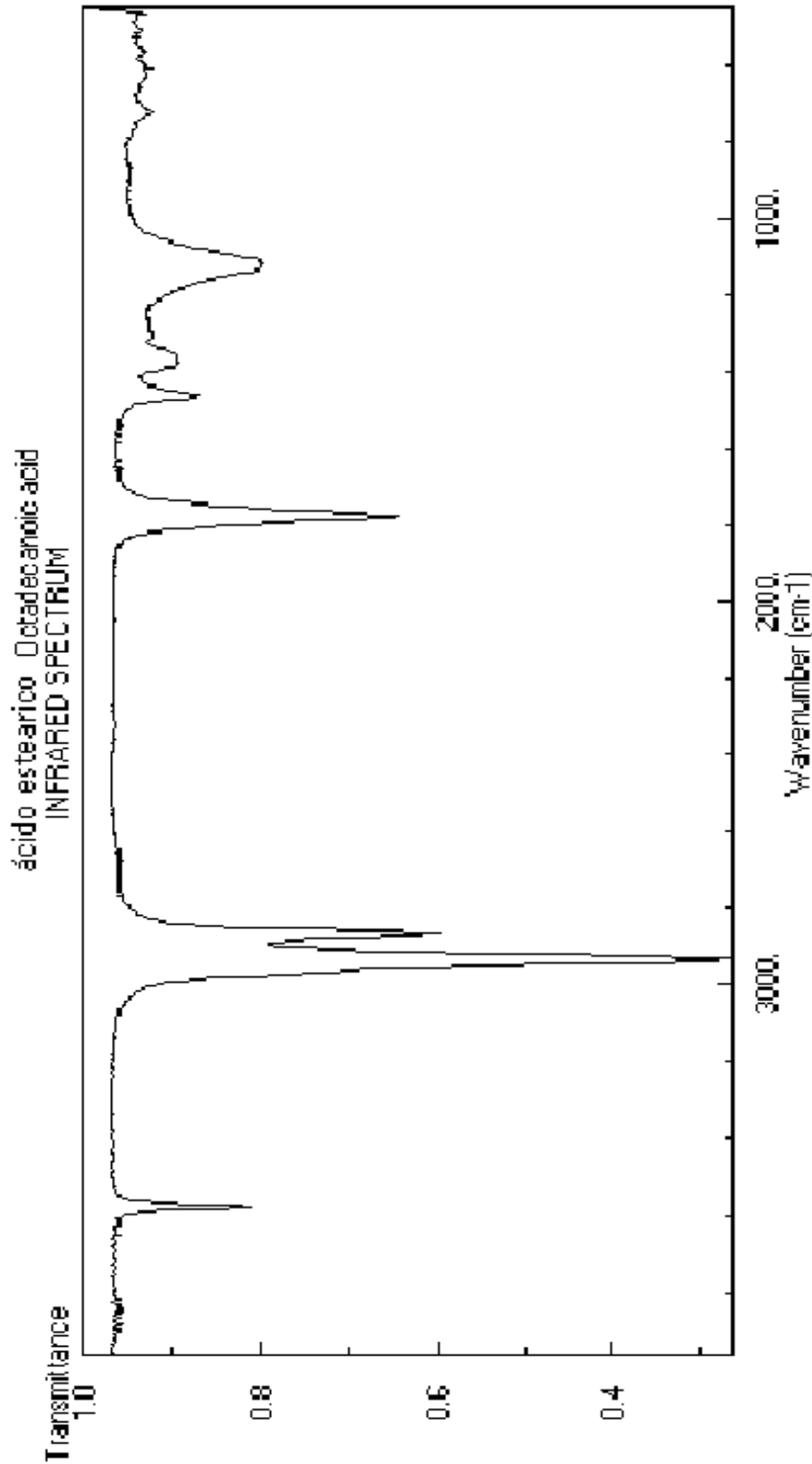
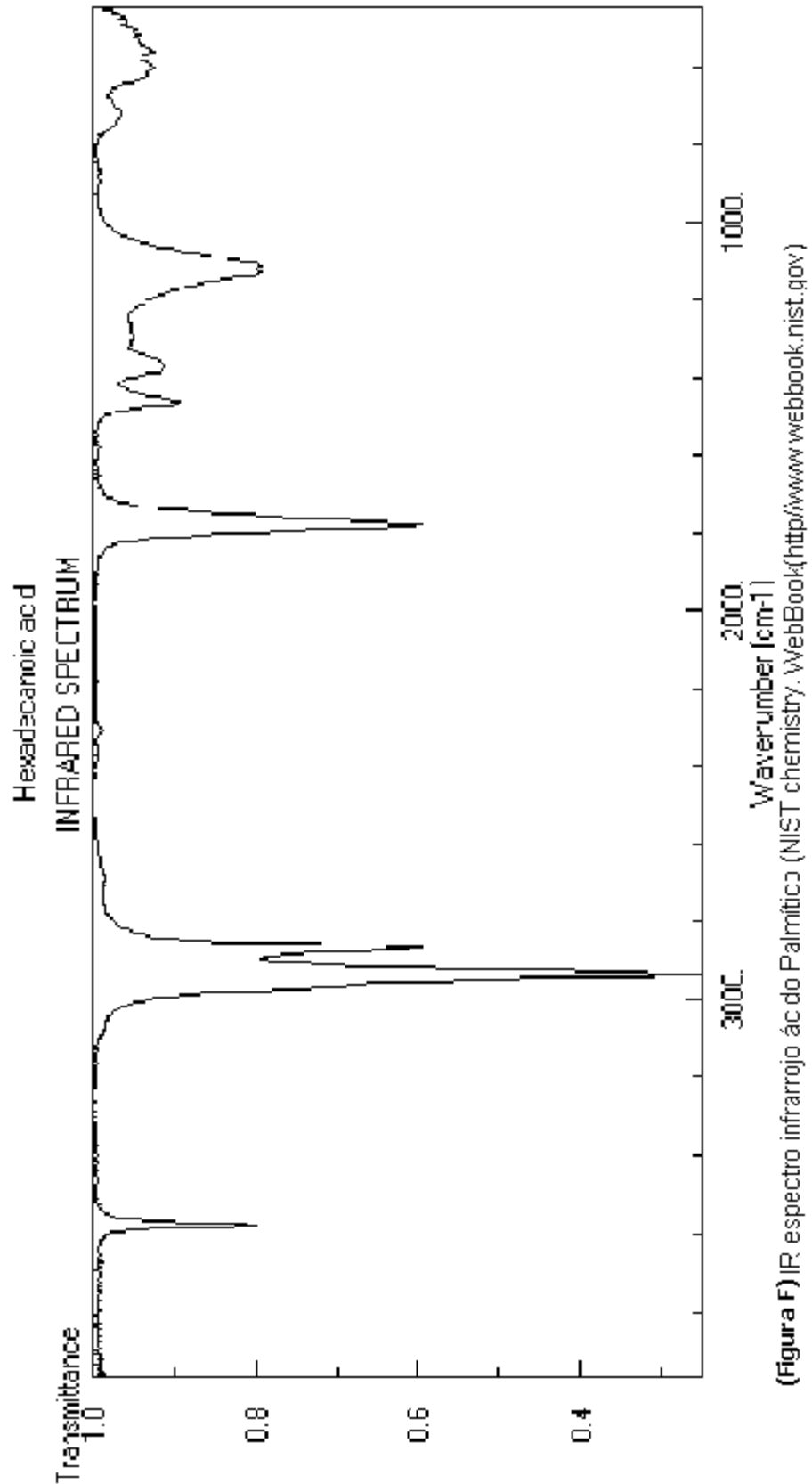


Figura E IR espectro infrarrojo ácido esteárico (NIST chemistry WebBook (<http://www.webbook.nist.gov>))



(Figura F) IR espectro infrarrojo ácido Palmítico (NIST chemistry. WebBook(<http://www.webbook.nist.gov>))

4.6 Etapa 6: Extracción a nivel planta piloto

4.6.1 Extracción de aceite crudo a nivel planta piloto

Se pesaron 300 gramos de muestra molidas con el molino Willey con malla 2.5 mm² los cuales se colocaron en un rota vapor diferencial. A la misma muestra se le practicaron tres extracciones con diferentes concentraciones de hexano:

La primera extracción con una relación 1:20 (300 gramos de semilla + 6 lts de hexano), con un tiempo de contacto de 10 min., a temperatura de ebullición de hexano entre 65° C y a 50 r.p.m.

Segunda extracción relación 1:10 (los mismo 300 gramos de muestra mas 3 lts. de hexano)

Tercera extracción relación 1:5 (300gramos de muestra mas 1.5 litros de hexano)

En la tabla 28, se presentan los resultados de la extracción a nivel planta piloto, en ellas se presenta el porcentaje de aceite obtenido y la cantidad de hexano recuperado después de la extracción sólido- liquido.

Relación	Volumen Decantado	Disolvente Recuperado	% Recuperado	Peso Del Vaso Solo	Peso Del Vaso Con Muestra	Por ciento De Aceite
1:20	5400 ml.	5400 ml.	100	232 gr.	305 gr.	24.33%
1:10	2800 ml.	2800 ml.	100	230 gr.	238 gr.	2.66%
1:5	1250 ml.	1100 ml.	88	230 gr.	234 gr.	1.33%
Total						28.32%

Tabla 28 Resultados de extracción de aceite a nivel planta piloto a diferentes relaciones.

En la tabla 28, se puede observar que el porcentaje de aceite es muy diferente a los resultados de las extracciones de aceite a nivel laboratorio.

Por medio de este sistema de extracción (rota vapor diferencial) no hay pérdida de hexano como en los experimentos a nivel laboratorio, se puede observar claramente que en todas las extracciones de aceite la que más hexano pierde es la última extracción, esto se debe probablemente a que es retenida por la semilla y solo se alcanza a recuperar un 88% de hexano de la última extracción lo que quiere decir que un 2% del hexano es atrapado por la semilla de calabacilla loca.

4.6.2 Determinación de la densidad del aceite crudo y del aceite refinado

En la tabla 29, se presenta dos clases de aceite y la densidad correspondiente para cada una de ellas.

CLASE DE ACEITE	DENSIDAD
Aceite crudo	0.91
Aceite refinado	0.83

Tabla 29, Densidad de aceite crudo y aceite refinado

En la tabla 29, se puede observar que la densidad del aceite crudo es mayor que la del aceite refinado, esto se debe a que el aceite crudo presenta mayor cantidad de impurezas que el aceite refinado.

La densidad que presenta el aceite refinado de calabacilla loca es aceptable, ya que la mayoría de los aceites comestibles presentan una densidad parecida a la de la calabacilla loca.

4.6.3 Proceso de refinamiento del aceite a nivel escala planta piloto

Se agregaron 600 gramos de aceite crudo de calabacilla loca en el matraz del rota vapor diferencial, y se le agregaron 12 litros de la solución KOH al 4% .

La cantidad de aceite crudo sin refinar fue de 600 gramos, después del refinado se obtuvieron 250 gramos de aceite refinado. El aceite presenta un color amarillo verdoso como el aceite de oliva a este aceite se le puede dar un proceso de blanqueo para la eliminación del colorante.

Con este resultado se puede decir que este sistema de refinado elimina un 60 % de impurezas (carbohidratos, proteínas, ácidos grasos libres, gomas).

Por lo que de 600 gramos de aceite crudo se obtiene un 41.6 % de aceite refinado.

4.6.4 Proceso de decoloración y blanqueo

El aceite que se obtuvo por el proceso de refinamiento con KOH presenta un color amarillo verdoso, por lo que se decidió realizar un proceso de blanqueado.

Se tomaron 100 gramos de aceite y se colocaron en un matraz Erlenmeyer de 250 ml y se le agregaron 5 gramos de carbón activado, se mezcló y calentó a una temperatura de 80 a 90° C por 30 min.

De 100 ml. de aceite refinado después de la decoloración se obtuvieron 55 gramos, el aceite refinado sin blanqueo es amarillo verdoso o tendiendo a café y después de una decoloración el aceite cambia a un color claro como agua pero su viscosidad disminuye.

El carbón retiene un 45% de aceite, pero se puede recuperar con un proceso de extracción con hexano, obteniendo un 40% del aceite retenido en el carbón.

Se realizó un nuevo proceso de blanqueo del aceite de calabacilla loca con 7% de carbón activado.

Se pesaron 415.94 gramos de aceite refinado sin blanqueo a los cuales se les adicionaron un 7% de carbón activado.

La cantidad de aceite blanqueado fue de 260 ml. reteniendo así un 65.2 % el cual puede ser recuperado por un sistema de extracción con hexano y se recupera un 60%.

4.6.5 Proceso de refinamiento de aceite con NaOH

De acuerdo con los resultados obtenidos en el anterior proceso de refinado, se pudo observar, que el aceite presentaba un color muy verdoso, por lo que se necesitaba un proceso de blanqueo con carbón activado, sin embargo en el refinado a nivel laboratorio el aceite presentó un mejor color, ya que se había usado NaOH en lugar KOH. Esto quiere decir que el mejor proceso de refinamiento se da con el NaOH de grado industrial, ya que logra eliminar los colorantes del aceite y no es necesario el proceso de blanqueo.

Se tomo una muestra de 770 gramos de aceite crudo de calabacilla loca, dichos fueron sometidos a un proceso de refinamiento con NaOH, en un rota vapor diferencial.

En este proceso de refinamiento se obtuvieron 300 gramos de aceite refinado, con una coloración amarillo claro y con buena viscosidad.

Lo anterior quiere decir que el NaOH reduce un 67.1% las impurezas presentes en le aceite crudo y se obtiene un 38.9 % de aceite refinado.

4.6.6 Análisis de calidad del aceite refinado de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

Después del refinamiento el aceite de calabacilla loca se le practicaron una serie de índices de calidad para analizar las condiciones en las cuales se encontraba y conocer la eficiencia del proceso de refinado del aceite crudo.

En la tabla 30, se presentan los resultados de cada una de las pruebas realizadas para determinar la calidad del aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*).

El aceite de calabacilla loca no se le adiciono ningún tipo de antioxidante, además este aceite tenía un tiempo de almacenamiento de 2 meses.

PRUEBA APLICADA	COMPORTAMIENTO DEL ACEITE.
Índice de acidez (aceite blanqueado)	0.017%
Índice de acidez (aceite no blanqueado)	0.022%
Índice de peróxidos	0.008 milieq./kg.
Índice de saponificación	137.45
Índice de iodo	55.2015
Humedad	0.01%
Densidad	0.83 gr/ ml

Tabla 30, Análisis de calidad del aceite de calabacilla loca.

En la tabla 30, se puede observar que el aceite de calabacilla loca tiene un buen índice de acidez en ambos procesos de refinamiento, ya que ninguno de los dos índices de acidez superan el índice de acidez establecida por las “Normas y Asistencia Técnica Industrial “(1962) que nos dice que un aceite vegetal refinado debe presentar un índice de acidez de 0.05% o 0.15 % como máximo.

Con respecto al índice de peróxido, éste se encuentra dentro de las Normas y Asistencias Técnicas Industriales (1962) la cual establece que un aceite refinado debe presentar un índice de peróxido de no más de 10 milieq. / kg. De grasa.

En la tabla 2.8 se puede observar también que el índice de saponificación y el índice de yodo, del aceite de calabacilla loca, es muy bajo en comparación con las Normas y Asistencias Técnicas Industriales (1962).

El porcentaje de humedad se encuentra dentro de las normas establecidas por las Normas y Asistencias Técnicas Industriales (1962) .

Con los resultados anteriores podemos decir que el aceite de calabacilla loca es un aceite de buena calidad y que el proceso de refinamiento fue el adecuado fue y realizado de una manera correcta.

4.7 Etapa 7: Degradación del aceite

4.7.1 Degradación del aceite refinado de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

Se realizaron dos degradaciones del aceite de calabacilla loca, se usó papa con un porcentaje de humedad de 75%, y una temperatura de fritura de 180° C.

4.7.1.1 Primera degradación del aceite de calabacilla loca

En un sartén se colocaron 300 mililitros de aceite de calabacilla loca con un índice de acidez de 0.017. La degradación se llevó a cabo por medio de un proceso de fritura usando papa alfa con 75% de humedad, la degradación del aceite fue por un tiempo de 3 horas.

En la tabla 31, se pueden observar los resultados de las degradaciones expresados en índice de acidez, índice de peróxido, índice de saponificación e índice de yodo.

TIEMPOS DE DEGRADACION.	ANALISIS REALIZADOS.			
	INDICE DE ACIDEZ (%)	INDICE DE PEROXIDOS (miliq./kg.)	INDICE DE SAPONIFICACION	INDICE DE IODO
30 min.	0.022	0.020		
60 min.	0.056	0.024		
90 min.	0.062	0.032		
120 min.	0.073	0.032		
150 min.	0.084	0.037		
180 min.	0.123	0.040	53.5518	134.64

Tabla 31, Degradación del aceite de calabacilla loca durante 3 horas a (180° C).

4.7.1.2 Segunda degradación del aceite de calabacilla loca

En la segunda degradación de aceites se tomaron en cuenta las mismas condiciones, con la única diferencia que solamente fueron 2 horas de degradación.

En un sartén se colocaron 300 mililitros de aceite de calabacilla loca con un índice de acidez de 0.022. La degradación se llevó a cabo por medio de un proceso de fritura usando papa alfa con 75% de humedad, la degradación del aceite fue por un tiempo de 2 horas.

En este proceso de degradación a las papas se les eliminó poco contenido de almidón a través de agua a presión y secadas en mallas de 5 mm². Se procuró que las papas se frieran adecuadamente, ya que serían utilizadas en una evaluación sensorial.

En la tabla 32, se pueden observar los resultados de las degradaciones expresados en índice de acidez, de peroxido, de saponificación y de yodo.

TIEMPOS DE DEGRADACION.	ANALISIS REALIZADOS.			
	INDICE DE ACIDEZ (%)	INDICE DE PEROXIDOS (miliq./kg.)	INDICE DE SAPONIFICACION	INDICE DE IODO
30 min.	0.028	0.008		
60 min.	0.039	0.012		
90 min.	0.062	0.015		
120 min.	0.067	0.015	129.03	53.8056

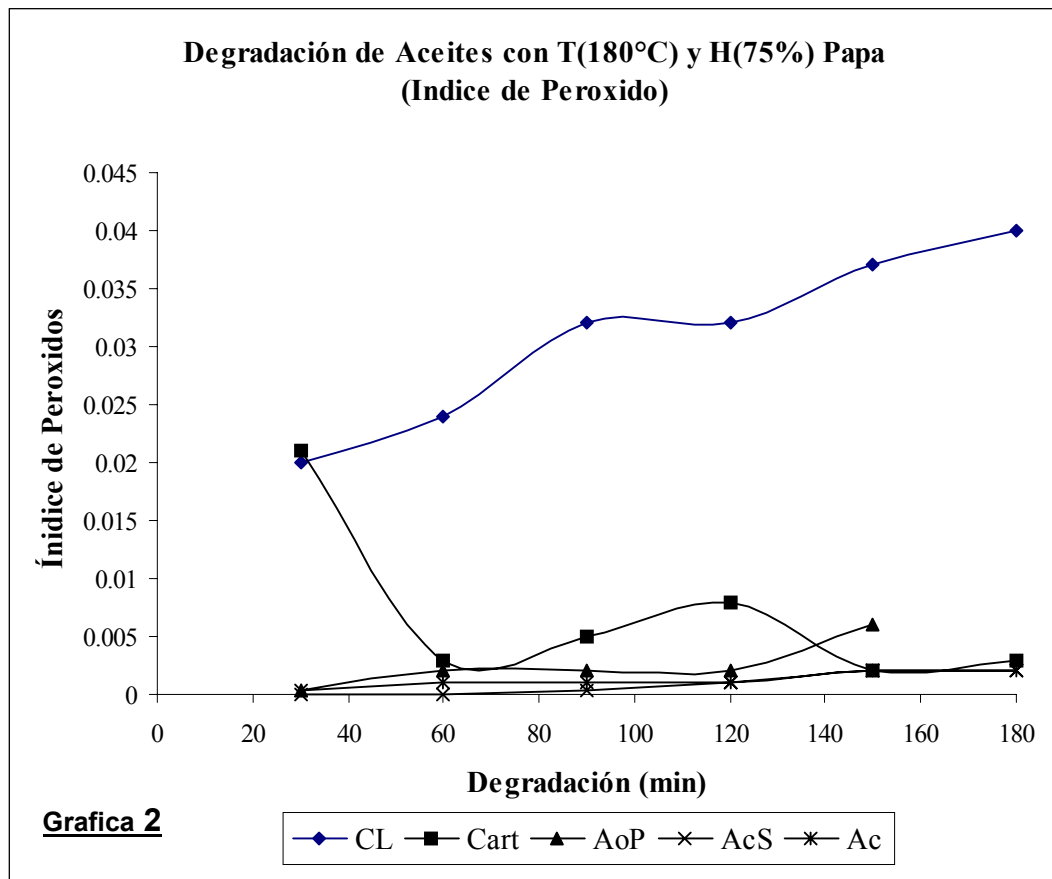
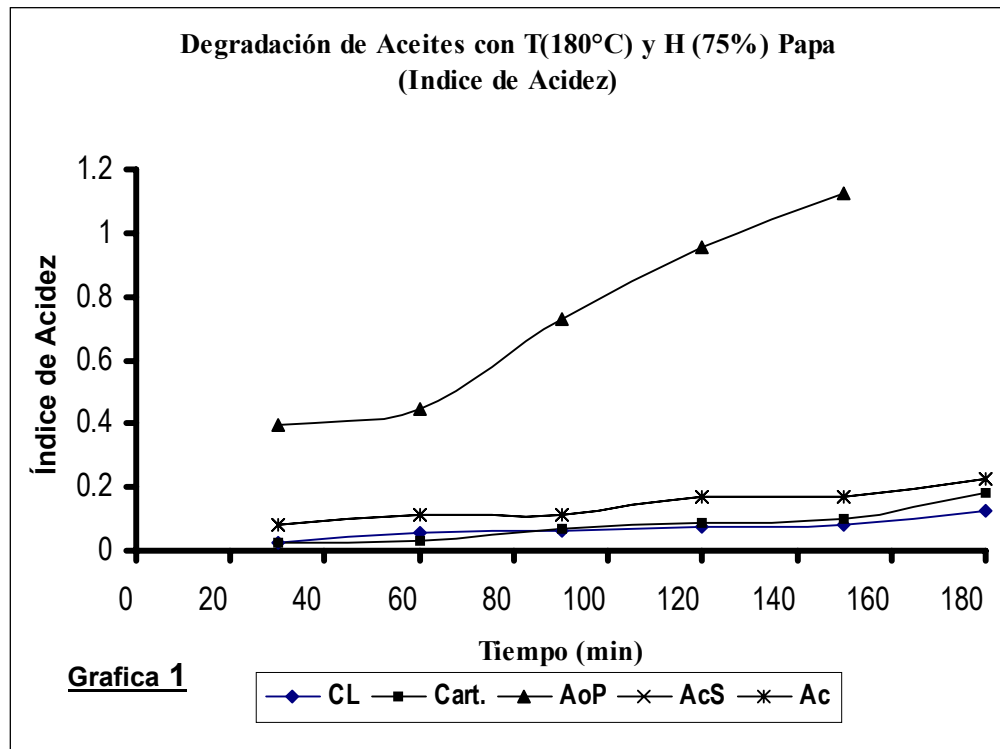
Tabla 32, Degradación del aceite de calabacilla loca durante 2 horas a 180° C.

En la tabla 31 y 32 se pueden observar que las degradaciones del aceite de calabacilla loca aumentan lentamente y a los 180 min. el aceite presenta una estabilidad aceptable, ya que los índice de acidez y el índice de peroxido no se han desviado tanto de los parámetro establecidos, en ambos procesos se comportan de la misma forma.

En la tabla 33 se pueden observar resultados de los análisis practicados a los aceites en cada una de las degradaciones para saber su comportamiento en un proceso de fritura.

Tiempo de degradación (segundos)	Aceite de calabacilla loca <i>Cucurbita foetidissima</i>	Aceite de cartamo	Aceite de olivo y palma	Aceite de canola y soya	Aceite de canola
Índice de Acidez en Porcentajes					
30	0.022	0.028	0.393	0.084	0.084
60	0.056	0.034	0.449	0.112	0.112
90	0.062	0.067	0.729	0.112	0.112
120	0.073	0.090	0.954	0.168	0.168
150	0.084	0.101	1.122	0.168	0.168
180	0.123	0.180		0.224	0.224
Índice de Peroxido en milq./kg					
30	0.020	0.021	0.0004	0.000	0.0004
60	0.024	0.003	0.002	0.0000	0.001
90	0.032	0.005	0.002	0.0004	0.001
120	0.032	0.008	0.002	0.001	0.001
150	0.037	0.002	0.006	0.002	0.002
180	0.040	0.003		0.002	0.002
Índice de Iodo					
30		40.7349			
60			44.415		
90			44.415		
120			37.8162	40.2273	41.3694
150		40.608	38.3238	40.9887	40.9887
180	53.5518	40.2273	41.3694	41.3694	40.2273

Tabla 33, Resultados de las degradaciones de cada uno de los aceites utilizados para la comparación.



En la grafica 1 se puede observar el comportamiento de 5 aceites degradados bajo las mismas condiciones de tiempo y temperatura.

Se puede observar que la curva de índice de acidez del aceite de calabacilla loca es la que tiene mejor comportamiento.

Se puede apreciar que la curva del aceite de la mezcla de aceite de olivo y de aceite de palma presenta un incremento muy acelerado y en cambio las otras curvas si crecen pero, mas lentamente.

La curva de la mezcla de aceite de canola y soya presentan la misma curva de crecimiento.

En la grafica 2 se puede observar que el aceite de calabacilla loca presenta un crecimiento constante conforme se incrementan las horas de degradación del aceite; las otras experimentan un aumento de índice de peroxido pero es más lento. La curva del aceite de cártamo experimenta cambios de disminución de índice de peróxidos pero permanece constante.

El rápido aumento de el índice de peroxido se debe probablemente a que el aceite no posee ningún tipo de antioxidante, pero a pesar de no poseer antioxidantes su crecimiento es lento. Por lo que es posible catalogar el aceite de calabacilla loca como un buen aceite para procesos de frituras.

4.8 Etapa 8: Pruebas de aceptación de las frituras

4.8.1 Evaluación sensoria del aceite de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*)

Para esta prueba se elaboraron frituras de papas con dos tipos de aceite: aceite de calabacilla loca y aceite de canola. Las papas fueron peladas y rebanadas a un grosor de 2 mm, posteriormente fueron sometidas a un proceso de lavado en agua a presión y finalmente se frieron.

4.8.1.1 Prueba triangular

Se usaron 68 jueces consumidores, a los cuales se les pidió que identificaran la muestra diferente en cada trío de muestras.

De los 68 jueces solamente 11 lograron identificar la muestra diferente en cada par y 57 jueces se equivocaron, una vez analizando los resultados obtenidos en las tablas para pruebas triangulares, se obtuvo lo siguiente:

De acuerdo con el número de jueces las tablas para pruebas triangulares de roessler y col. (1948), nos dice que para que exista diferencia significativa entre las dos muestra de papas evaluada, con nivel de significancia de 0.1%, 36 jueces debieron haber identificado la muestra diferente. Por lo que podemos decir que el aceite de calabacilla loca no proporciona diferencias significativas en cuanto sabor comparando con el aceite de canola.

Las diferencias que encontraron los jueces fue en base al sabor salado de las papas, ya que no fueron saladas uniformemente, esta fue la razón por la cual algunos jueces identificaron diferencias entre las papas, ya que ellos en las sugerencias hacían mención que las papas estaban buenas pero que les hizo falta sal o que tenían mucha sal.

4.7.1.2 Prueba de preferencia

Se utilizaron 68 jueces consumidores a los cuales se les pidió que identificaran las papas que prefirieran.

Los resultados de esta prueba fueron las siguientes:

Se tabularon los datos y se obtuvo el total de preferencia para cada una de las papas freídas (papas freídas con aceite de calabacilla y freídas con aceite de canola), posteriormente se analizaron los datos en una tabla de significancia para pruebas de dos muestras de Roessler y col. (1956), se usó la prueba de una cola ya que a los jueces se le pidió una que evaluaran una característica sensorial.

Los resultados obtenidos son los siguientes:

Para papa freída con aceite de canola: 58

Para papa freída con aceite de calabacilla: 48

Comparando en una tabla de significancia de una cola con 3 niveles de significancia del 5%, 1%, y 0.1%, se observó que a un 5% y 1% de significancia. A los jueces les es indiferente elegir alguna de las muestras y a un nivel de significancia de 0.1% los jueces prefieren las papas freídas con aceites de canola.

Analizando las dos pruebas sensoriales realizadas, se observó que los jueces no tienden a la elección de alguna en particular.

4.9 Escalamiento industrial

El presente escalamiento industrial fue realizado en base a las aportaciones de, Whitaker (1975), Bemis (1978), Chávez (1978) y Gómez (1978) y a los resultados de la presente investigación.

Tomando en cuenta que cada planta promedio produce 40 frutos con una media de semillas de 250 semillas, y sabiendo que cada 100 semillas pesan por lo regular 4 gramos.

De acuerdo con los investigadores antes citados, la población máxima para la producción de semilla para la extracción aceite es de 10000 plantas por hectárea.

Por todo lo antes mencionado se plantea lo siguiente:

En una hectárea se obtienen 400, 000 frutos por hectárea, las cuales aportan 90,000,000 de semillas por hectárea, las cuales pesan 3,600,000 gramos que equivales a 3.6 toneladas , los cuales por un sistema de extracción sólido- líquido, se extraen 1080 gramos de aceite crudo, después de haberlo sometido por un proceso de refinado se obtienen 432 gramos de aceite refinado listo para ser envasado.

CAPITULO 5

CONCLUSIONES

De los resultados obtenidos en esta investigación se concluye que la semilla de mejor características para realizar una extracción de aceite crudo es la semilla del norte.

En cuanto al método de extracción y secado de la semilla se concluye que el método de extracción mecánica es el adecuado para este tipo de fruto y que el proceso de secado al sol es el más adecuado para este tipo de semilla.

De acuerdo a los resultados obtenidos en el laboratorio se puede concluir que el proceso de lavado es un método alternativo, necesario para reducir costos y disminuir tiempos, en el proceso de obtención del aceite siempre y cuando el objetivo sea la obtención de aceite.

Los resultados a nivel laboratorio reportaron que el tamaño óptimo de partícula para este tipo de semilla es la molida con una malla de descarga de 2.5 mm² a través de un molino Willey de cuchilla, con una relación de soluto -disolvente de (1:20) y con tiempo máximo de extracción de 10 minutos a 60° C.

En cuanto refinado del aceite crudo se puede concluir que el NaOH al 4%, es la sosa adecuada para este tipo de semilla ya que el uso de la misma disminuye el paso de blanqueo del aceite refinado.

En cuanto a la composición del aceite de calabacilla loca presenta una mezcla de ácidos grasos, de los cuales el ácido oleico es el que tiene mayor semejanza por lo que de una manera cualitativa se puede decir que probablemente sea el ácido presente en mayor porcentaje.

En cuanto al proceso de degradación del aceite se puede concluir que el aceite de calabacilla es un aceite que conserva buena estabilidad en proceso de fritura sin la adición de antioxidantes.

Con respecto a la evaluación sensorial se puede concluir que es un aceite que se puede utilizar para consumo humano ya que los jueces no encontraron diferencia alguna, al compararlo contra un aceite comercial (canola) y presentó la mismas preferencias que el aceite de canola.

Con la realización de esta investigación se concluye que el aceite de calabacilla es un aceite que tiene un potencial y que a pesar que a nivel laboratorio no sea redituable por los costos, a nivel industrial sí es redituable.

CAPITULO 6

RECOMENDACIONES

Se recomienda realizar un estudio de extracción de aceite por un proceso de prensado a presión.

Se recomienda realizar estudios de cromatografía de gas para determinar de una manera cuantitativa los ácidos grasos presentes en el aceite de calabacilla loca.

Se sugiere que se realice un estudio más amplio sobre las semillas que crecen en las áreas tropicales.

Realizar una extracción de un mayor volumen de aceite de calabacilla loca para prolongar el tiempo de degradación del aceite.

Se recomienda ampliar el análisis físico químico del aceite de calabacilla loca para tener un análisis completo del mismo.

CAPITULO 7

REFERENCIA BIBLIOGRAFICA

- Agency for international development. 1975. The búfalo gourd (*C. foetidissima* HBK) Apotential crop for the production of protein, oil and starch con arid lands.
- Ackman R. G. 1990. "Variability of fatty acids and lipids in seafoods". Omega- 3 News.
- Almontes A.J. 1985. Almacenamiento y viabilidad en cucurbita foetidissima (HBK) pag. 10.
- AMOS A .J. 1969. Manual de industrias de los alimentos .ed. acribia zaragoza (españa).
- A.O.A.C. 1980. METODOS OFICIALES DE ANALISIS. Association of Oficial Agricultura Chemists. Wasshington, D.C.U.S.A.
- A.O.A.C. 1970. Association of official agricultural chemistry "Official methods of analysis of the. " Washington, XI Edition
- Azaldua- Morales, A. 1995. La evaluación Sensorial de los alimentos en la teoria y la practica. Editorial Acribia, S.A. Zaragoza, España.
- Ba- Amir, M.A. and W.P. Bemis 1968. fruti and seed development in *C. foetidissima*. Econ. Bot. 22:297-299.
- Badui D Salvador. 1996. quimica de los Alimentos. EDITORES S.A. DE C.V.
- Bailey, A, E., 1945. industrial Oils and Fat Products. Interscience Publishers, Inc., New York, N. Y.
- Bailey, L.H. 1943. species of cucurbita genetics. Herb. 6:265-322.
- BAUR, F.J., J . AMER. 1954.OIL CHEM.SOC.
- Belitz. Grosch. 1997. química de los alimentos. Ed. Acribia S.A (España). Pag.(705-708)
- Bemis, W.P., J.W. Berry and C.W. Weber.Breeding, 1977. domestication and utlization of the buffalo gourd, Departament of plant siciences, university of Arizona.

- Bemis, W.P., W.P. Berry and C.W. Weber 1978. The Buffalo Gourd, a potential crop for arid lands. *Arid Lands Newsletter*, University of arid zona 8:1.
- Bemis, W.P. 1964 interespecific hybridization in cucurbita II: *C. moschata* poir xerophytic species of cucurbita. *Journal of heredity* 54:285-289.
- Bemis, W.P. , J.W.1963. interespecific hybridization in cucurbita. Department of horticulture. University of Arizona. *Journal of heredity washinton*, D.C.LIV.
- Bernardini E.1981.Tecnología de aceites y grasas. Editorial Alhambra. Madrid España,
- Berry, J.W., W.P. Bemis, C.W. Weber and T. Philip 1975 cucurbita root strarches:isolation and some properties of starches from cucurbita foeridissima HBK and C. *Food chemistry* 23:825.
- Berry, J.W., C,W. Weber, W.P. Bemis, J. Sheerens 1976. protein, lipin and carbohydrate components of xerophytic cucurbits. *Journal of the Arizona academy of science* 11:16.
- Berry, J.W.:, C.W. , C.W. Weber, M.L. Dreher and W.P. Bemis 1976. chemical composition of buffalo gourd, a potential food source. *Journal of food science* 41:465-466.
- Berry, J.W., 1976. Research note chemical composition of buffalo gourd, a potential food source. Tucson college of agriculture university of Arizona. *Journal of Science* 41:465-466.
- Boley, D.S., R.H. Cormarck and L.C. Curtis 1950. utilization of the seeds of the wild perennial gourd. *F.Am oil chem.. Sec.* 27:571-574.
- Berdanier, C.D., Johnson, B., Hartle, D.K., Crowell, W. 1992. Life span is shortened in BHE/cdb rats fed a diet containing 9 % menhaden oil and 1 % corn oil. *Journal of Nutrition.* 122: 1309-1317.
- Berry, E.M. and Hirsch, J. 1986. Does dietary linolenic acid influence blood pressure? *American Journal of Clinical Nutrition.* 44: 336-340.
- Carlson S. E. "Acidos grasos poliinsaturados de cadena larga en los lactantes y niños". *Anale Nestlé.* Vol 53/1 N°1. Suiza. 1997
- CASARES L.R. 1969.Tratado de Bromatología. Tercera Edición Ed. Casares. Madrid,

- Chaves J.L. , H. Gomez 1978. la calabacilla loca (cucúrbita foetidissima HBK) aportaciones a so domesticación. Folleto especial U.A.A.A.N.
- Curtin, L.S.M. 1997. Healing Herbs of the Upper Rio Grande. Laboratory of Anthropology Santa Fe, New Mexico.
- Curtis, L.C. 1974. an a ttempt to domesticate a wild, perennial, xerophytic gourd, cucurbita foetidissima. Progress Reprt IV. Arid lands agriculture developmente program. Beirut líbano.
- Curtis, L.C. 1946. the possibilities of using species of perennial cucurbits as source of vegetable fats and protein. The chemburgic ddigest 5:221-224.
- Curtis, L.C. 1974. the domestication of a wild perennial xerophytic gourd, cucurbita foetidissima, the buffalo gourd.
- Dittmer, H.J. and B.P. Talley 1964. A goross morphology of tap Roots of desert cucurbits. Bot gaz. 121-126.
- Dunmire, William W. and Gail D. Tierney. 1995. Wild Plants of the Pueblo Province. Santa Fe, New Mexico. Pp.214-215.
- European Society of Paediatric Gastroenterology and Nutrition. 1991. Committee on Nutrition: Comment on the content and composition of lipids in infant formulas. *Acta Paediatrica*. 297-301.
- Fats and Oils in Human Nutrition. Report of a joint expert consulation of FAO and OMS. Roma. 1993.
- Grafius, J.E. 1956. Components of yiel in oats. A geometrical interpretation. Agron. Jour. 48:419- 423.
- Harry Lawson. 1999 Aceite Y Grasas Alimentarios. Ed. Acribia, S.A.
- Hernández Sampieri Roberto et al. 1991. Metodología de la investigación. Ed. McGRAW-HILL
- Hurd, Paul D. Jr. E. Groton Linsley and Thomas W. Whitaker. 1974. Squash and Gou Beas (peponapis xenoglossa) and the origen of the cultivated cucurbita. Evolution 25:218-234.
- Hoffman, David. 1988. Therapeutic Herbalism. David Hoffman. Pp.1-57.
- Jameson. G. S. 1943. Vegetable Fats and Olis, 2nd ed., Reinhold Publishing Corp., New York.

- Johansson, A. and Hoffmann, I. 1979. The effect of processing on the content and composition of free sterols and sterol esters in soyabean oil. *Journal of American Oil Chemists' Society*. 56: 886-889.
- Jung, M.Y. Yoon, S.H., Min, D.B. 1989. Effects of processing steps on the contents of minor components and oxidation of soybean oil. *Journal of American Oil Chemists' Society*. 66: 118-120.
- Naturesongs and Doug Von Gausig. Buffalo Gourd. Naturesongs. June. 2002.
- Natural Resources Conservation Service. USDA. June. 2002.
- NON, "Under Exploited Tropical Crops with Promising Economic Value", pp.94-99, National Academy of Sciences, 3rd Print, 1977
- Norma del Codex para aceites y grasas vegetales codex stan 19-1981 (rev. 1) (1989)
- Moore, Michael. 1990. Traditional Herbal Remedies, Red Crane Books,
- Morris, Rich. 2002. *Cucurbita foetidissima*. Plants for a Future.
- Otero A.E. 1960. Análisis de grasas y ceras y sus mezclas comerciales. Ed. Dossat S.A. Madrid,
- Robinson David S. 1991 Bioquímica Y Valor Nutritivo de los Alimentos. Ed. ACRIBIA, S. A.
- Rossell, J.B., Kochhar, S.P. and Jawad, I.M. 1981. Chemical changes in soy oil during high temperature processing. *Proceedings Second ASA Symp. Soyabean Processing*, Antwerp.
- Rzedowski, J., 1978. La vegetación de México, Limusa, México.
- Segers, J.C. and van de Sande, R. 1988. Degumming theory and practice. *Proceedings AOCS World Conference on Edible Fats and Oils Processing*. Maastricht pp 88-83.
- Shalnani et., al 1951. the búfalo gourd, a potetial oil seed crop of the, shouthwestern drylands. *Jour. of the Amer. Oil chem. soc.* 28:90:95.
- Sources of Fats and Oils" 1981. Edited by PRYDE, E.H. PRINCEN, L.H. MUKNERJEE, K.D. American Oil Chemists Society.

- Sundram, K., Hayes, K.C. and Siru, O.S. 1994. Dietary palmitic acid results in lower serum cholesterol than does a lauric-myristic combination in normolipemic humans. *American Journal of Clinical Nutrition*. 59:841-846.
- The Merck Index (tenth edition). Merck & Co. New Jersey, United States of America. 1983. Pp. 375/1204.
- Tull, Delena. Edible and Useful Plants of Texas and the Southwest. University of Texas Press, Austin, 1999
- T.R. Dickson. 1984 Introducción a la química. Ed. Calypso, S.A. pag.(163-164)
- Yamamoto, N., Saitoh, M., Moriuchi, A., Nomura, M., and Okuyama, H. 1987. Effect of dietary alpha-linolenate/linoleate balance on brain lipid composition and learning ability in rats. *Journal of Lipid Research*. 28: 144-151.
- Yin, K., Chu, Z.M. and Beilin, L.J. 1992. Blood pressure and vascular reactivity changes in spontaneously hypertensive rats fed fish oil. *British Journal of Pharmacology*. 102: 991-997.
- Zock, P.L., de Vries, J.H. and Katan, M.B. 1994. Impact of myristic acid versus palmitic acid on serum lipid and lipoprotein levels in healthy women and men. *Arterioscl. Thromb*. 14:567-575
- VASCONCELLOS , J. A. BERNIS, W. BERRY, J.W. WEBER, C.W. 1998"Buffalo Gourd, *Cucurbita foetidissima* HBK, as a Source of Edible Oil", From "New

APÉNDICE I

RECOLECCIÓN NORTE (Saltillo)

FRUTO	TAMAÑO DE FRUTO Diámetro (cm)	SEMILLA POR FRUTO	SEMILLA GRAMOS POR FRUTO.	PESO DE 100 SEMILLAS.
1	7.3	197	6.1	3.1
2	7.3	284	11.3	4
3	7	300	11.4	3.8
4	6.8	284	13.66	4.5
5	6.8	355	14.13	4
6	6.8	312	11.4	3.3
7	6.8	318	10.6	3.6
8	6.6	242	7.9	3.5
9	6.6	270	12.5	4.2
10	6.6	258	9.546	3.7
11	6.5	245	7.1	3
12	6.5	300	12	4
13	6.3	298	11.32	3.8
14	6.1	295	9.25	2.8
15	6.1	247	6.7	3.3
16	6	244	7.2	3.8
17	6	315	11.5	3.5
18	6	312	13.3	4.4
19	6	223	8.47	3.8
20	6	350	9.5	3.8
21	5.9	258	11.94	4.2
22	5.9	182	4.8	1.8
23	5.8	241	8.87	3.7
24	5.8	178	7.6	4.4
25	5.6	233	10.26	4.8
26	5.6	182	7.8	4.7
27	5.5	282	10.2	3.6
28	5.5	233	7.1	2.7
29	5.5	271	13	4.8
30	5.4	250	9.5	3.8
31	5.3	250	10.34	3.8
32	5.3	256	10.6	3.8
33	5.3	220	9.1	3.8
34	5.3	153	5.1	3.1
35	5	288	7.3	2.5
36	5	185	7.24	3.7
TOTALES	217.8	9311	345.626	133.1
MEDIA	6.05	258.6	9.6	3.7

RECOLECCIÓN SUR (Chiapas)

FRUTO	TAMAÑO DE FRUTO Diámetro (cm)	SEMILLA POR FRUTO	SEMILLA GRAMOS POR FRUTO.	PESO DE 100 SEMILLAS.
1	7.5	354	10.62	3
2	7.5	393	12.969	3.3
3	7.5	393	12.576	3.2
4	7.4	325	9.75	3
5	7.3	356	11.392	3.2
6	7.3	390	12.09	3.1
7	7.3	362	12.67	3.5
8	7.2	320	9.6	3
9	7.2	368	10.672	2.9
10	7.1	300	9.6	3.2
11	7	300	10.2	3.4
12	7	389	12.448	3.2
13	7	350	10.85	3.1
14	7	350	10.5	3
15	7	300	9.9	3.3
16	6.9	369	11.808	3.2
17	6.9	393	12.576	3.2
18	6.9	389	11.281	2.9
19	6.8	310	10.23	3.3
20	6.8	250	8.25	3.3
21	6.6	353	12.002	3.4
22	6.6	352	11.264	3.2
23	6.5	265	8.215	3.1
24	6.3	258	8.256	3.2
25	6.2	320	9.6	3
26	6	250	8.25	3.3
27	6	268	9.112	3.4
28	6	235	7.05	3
29	6	270	8.1	3
30	6	350	11.2	3.2
31	5.9	298	9.536	3.2
32	5.8	298	9.238	3.1
33	5.6	264	8.184	3.1
34	5.5	254	7.62	3
35	5.3	240	7.92	3.3
36	5	234	7.488	3.2
TOTALES	237.9	11470	363.017	114
MEDIA	6.6	318.6	10.1	3.2

**COMPARACIÓN DE MEDIAS DE LA RECOLECCIÓN NORTE (COAHUILA)
DEL CONTENIDO DE SEMILLA POR FRUTO**

BLOQUE COMPLETAMENTE AL AZAR

TRATA.						
1	197.0000 318.0000	284.0000	300.0000	284.0000	355.0000	312.0000
2	242.0000 295.0000	270.0000	258.0000	245.0000	300.0000	298.0000
3	247.0000 258.0000	244.0000 182.0000	315.0000	312.0000	223.0000	350.0000
4	241.0000 271.0000	178.0000	223.0000	182.0000	282.0000	233.0000
5	250.0000 185.0000	250.0000	256.0000	220.0000	153.0000	288.0000

A N A L I S I S D E V A R I A N Z A

FV	GL	SC	CM	F	P>F
TRATAMIENTOS	4	21981.000000	5495.250000	2.7514	0.045
ERROR	31	61915.250000	1997.266113		
TOTAL	35	83896.250000			

C.V. = 17.30 %

T A B L A D E M E D I A S

TRATA.	REP.	MEDIA
1	7	292.857147
2	7	272.571442
3	8	266.375000
4	7	230.000000
5	7	228.857147

PRUEBA DE TUKEY (P<0.01)

T A B L A D E M E D I A S

TRATAMIENTO	MEDIA
1	292.8571 A
2	272.5714 A
3	266.3750 AB
4	230.0000 B
5	228.8571 B

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.01

TUKEY = 37.5254

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

**COMPARACIÓN DE MEDIAS DE LA RECOLECCIÓN NORTE
(PESO DE SEMILLA POR FRUTO)**

BLOQUE COMPLETAMENTE AL AZAR

VARIABLE = gramos

TRATA.						

1	6.1000 10.6000	11.3000	11.4000	13.6600	14.1300	11.4000
2	7.9000 9.3000	12.5000	9.5000	7.1000	12.0000	11.3000
3	6.7000 11.9000	7.2000 4.8000	11.5000	13.3000	8.7400	9.8000
4	8.8700 13.0000	7.6000	10.2600	7.8000	10.2000	7.1000
5	9.5000 7.2400	10.3400	10.6000	9.1000	5.1000	7.3000

A N A L I S I S D E V A R I A N Z A

FU	GL	SC	CM	F	P>F

TRATAMIENTOS	4	30.361084	7.590271	1.3413	0.276
ERROR	31	175.430664	5.659054		
TOTAL	35	205.791748			

C.V. = 24.74 %

PRUEBA DE TUKEY (P<0.01)

T A B L A D E M E D I A S

TRATA.	REP.	MEDIA

1	7	11.227142
2	7	9.942857
3	8	9.242500
4	7	9.261429
5	7	8.454286

T A B L A D E M E D I A S

TRATAMIENTO	MEDIA
1	11.2271 A
2	9.9429 AB
4	9.2614 AB
3	9.2425 AB
5	8.4543 B

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.01

TUKEY = 1.9975

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

**COMPARACIÓN DE MEDIAS PESO DE 100 SEMILLA DE LA
RECOLECCIÓN NORTE (COAHUILA)**

BLOQUE COMPLETAMENTE AL AZAR

VARIABLE = peso de 100 semillas

TRATA.						
1	3.1000	4.0000	3.8000	3.8000	4.0000	3.3000
	3.6000					
2	3.5000	4.2000	3.7000	3.0000	4.0000	3.8000
	2.8000	3.3000				
3	3.8000	3.5000	4.4000	3.8000	3.8000	4.2000
	4.8000					
4	3.7000	4.4000	4.8000	4.7000	3.6000	2.7000
	4.8000					
5	3.8000	3.8000	3.8000	3.8000	3.1000	2.5000
	3.7000					

A N A L I S I S D E V A R I A N Z A

FV	GL	SC	CM	F	P>F
TRATAMIENTOS	4	2.312439	0.578110	2.0107	0.117
ERROR	31	8.913025	0.287517		
TOTAL	35	11.225464			

C.V. = 14.26 %

COMPARACIÓN DE MEDIA POR MÉTODO TUKEY.

T A B L A D E M E D I A S		
TRATA.	REP.	MEDIA
1	7	3.657143
2	8	3.537500
3	7	4.042857
4	7	4.100000
5	7	3.500000

T A B L A D E M E D I A S	
TRATAMIENTO	MEDIA
4	4.1000 A
3	4.0429 A
1	3.6571 AB
2	3.5375 B
5	3.5000 B

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.01

TUKEY = 0.4502

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

COMPARACIÓN DE MEDIAS DE LA MUESTRA RECOLECTADA EN EL SUR CHIAPAS (SEMILLA POR FRUTO)

BLOQUE COMPLETAMENTE AL AZAR.

A N A L I S I S D E V A R I A N Z A					
FU	GL	SC	CM	F	P>F
TRATAMIENTOS	4	41735.750000	10433.937500	5.8792	0.002
ERROR	31	55016.750000	1774.733887		
TOTAL	35	96752.500000			

C.V. = 13.22 %

PRUEBA TUKEY (p<0.01)

T A B L A D E M E D I A S		
TRATA.	REP.	MEDIA
1	7	367.571442
2	7	329.857147
3	8	335.125000
4	7	278.714294
5	7	279.428558

T A B L A D E M E D I A S	
TRATAMIENTO	MEDIA
1	367.5714 A
3	335.1250 B
2	329.8571 B
5	279.4286 C
4	278.7143 C

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.05

TUKEY = 28.7451

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

COMPARACIÓN DE MEDIAS DE LA MUESTRA RECOLECTADA EN EL SUR CHIAPAS (PESO DE MILLA POR FRUTO)

BLOQUE COMPLETAMENTE AL AZAR

VARIABLE = PESO DE SEMILLA POR FRUTO

TRATA.						
1	10.6200	12.9700	12.5800	9.7500	11.3820	12.0900
	12.6700					
2	9.6000	10.6720	9.6000	10.2000	12.4480	10.8500
	10.5000					
3	9.9000	11.8080	12.5760	11.2810	10.2300	8.2500
	12.0020	11.2640				
4	8.2150	8.2560	9.6000	8.2500	9.1120	7.0500
	8.1000					
5	11.2000	9.5360	9.2380	8.1840	7.6200	7.9200
	7.4880					

A N A L I S I S D E U A R I A N Z A

FU	GL	SC	CM	F	P>F
TRATAMIENTOS	4	59.072266	14.768066	10.7857	0.000
ERROR	31	42.446045	1.369227		
TOTAL	35	101.518311			

C.V. = 11.60 %

PRUEBA TUKEY (p<0.05)

T A B L A D E M E D I A S		
TRATA.	REP.	MEDIA
1	7	11.723143
2	7	10.552856
3	8	10.913875
4	7	8.369000
5	7	8.740857

T A B L A D E M E D I A S		
TRATAMIENTO	MEDIA	
1	11.7231	A
3	10.9139	B
2	10.5529	B
5	8.7409	C
4	8.3690	C

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.05

TUKEY = 0.7984

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

**COMPARACIÓN DE MEDIAS DE LA MUESTRA RECOLECTADA EN EL SUR
CHIAPAS (PESO DE MILLA POR FRUTO)**

VARIABLE = PESO DE 100 SEMILLAS

TRATA.

1	3.0000 3.5000	3.3000	3.2000	3.0000	3.2000	3.1000
2	3.0000 3.0000	2.9000	3.2000	3.4000	3.2000	3.1000
3	3.3000 3.4000	3.2000	3.2000	2.9000	3.3000	3.3000
4	3.1000 3.0000	3.2000	3.0000	3.3000	3.4000	3.0000
5	3.2000 3.2000	3.2000	3.1000	3.1000	3.0000	3.3000

ANALISIS DE VARIANZA

FU	GL	SC	CM	F	P>F
TRATAMIENTOS	4	0.053650	0.013412	0.5724	0.688
ERROR	31	0.726410	0.023433		
TOTAL	35	0.780060			

C.V. = 4.83 %

PRUEBA TUKEY (p<0.01)

T A B L A D E D A T O S

VARIABLE: PESO DE 100 SEMILLAS

NUMERO DE TRATAMIENTOS = 5

NUMERO DE REPETICIONES = 36

CUADRADO MEDIO DEL ERROR = 0.0234

GRADOS DE LIBERTAD DEL ERROR = 31

T A B L A D E M E D I A S

TRATAMIENTO	MEDIA
3	3.2250 A
1	3.1857 A
5	3.1571 A
4	3.1429 A
2	3.1143 A

NIVEL DE SIGNIFICANCIA = 0.01

TUKEY = 0.1285

VALORES DE TABLAS (0.05), (0.01) = 4.09, 5.04

DETERMINACIÓN DE MATERIA SECA TOTAL

En la determinación de materia seca total , se pesó 1 gramo de semilla en un crisol de porcelana (el cual, previamente, se colocó en una estufa a una temperatura de 100° C hasta obtener un peso constante) posteriormente, se sometió a una temperatura de 80° C por 24 horas, se enfrió en un desecador y se registró el peso.

La materia seca total obtenida fue calculada mediante la fórmula:

$$\%materia.seca.tota. = \frac{crisol.con.muestra - crisol.solo.}{gramos.de.muestra.} \times 100$$

HUMEDAD

La humedad se determinó por diferencia de 100 y los resultados obtenidos en el análisis de materia seca total.

CENIZAS

En la determinación de cenizas, se pesó 1 gramo de muestra en un crisol de porcelana (previamente sometido a peso constante) en seguida se introdujo en una mufla marca termolyne 200 a una temperatura de 600° C por 5 horas.

El porcentaje de cenizas en la muestra se calculó mediante la expresión:

$$\%cenizas = \frac{crisol.con.cenizas - crisol.solo}{gramos.de.muestra.} \times 100 =$$

PROTEÍNA CRUDA

La determinación de proteína cruda se realizó por el método Kjeldhal en el cual se colocó 1 gramo de muestra en un matraz Kjeldhal, 6 perlas de vidrio, 5 gr., una cucharada de catalizador de selenio y 30 ml., de ácido sulfúrico concentrado, al mismo tiempo se corre un blanco con todos los reactivos excepto la muestra. Se colocaron los matraces Kjeldhal a una temperatura de 100° C hasta obtener una mezcla color verde translúcida y un color cristalino en el blanco. Una vez que se enfriaron las muestras se adicionaron 300 ml de agua destilada, 110 ml de hidróxido de sodio al 45 % y 5 granallas de zinc. Posteriormente se obtuvieron 250 ml de destilado da cada muestra en un matraz erlenmeyer de 250 ml., de capacidad y se titularon con ácido sulfúrico 0.099 Normal (N).

El nitrógeno obtenido se calculó mediante la fórmula:

$$\%de.nitrogeno = \frac{(ml.H_2SO_4 - blanc) \times (N.H_2SO_4) \times (0.014)}{gramos.de.muestra} \times 100$$

Finalmente el porcentaje de proteína cruda se calculó multiplicando el porcentaje de nitrógeno por 6.25 factor.

GRASA

En la determinación de grasa, se prepararon 5 gramos de muestra, colocados en un dedal de celulosa e introducido a un sifón y unidos a un matraz bola fondo plano (previamente sometido a peso constante y adicionó con 150 ml de hexano). En seguida se insertó la parte superior del sifón a un refrigerante y la muestra se reflujo por 14 horas a una temperatura de 60° C.

Después, se evaporó el hexano contenido en el matraz, en seguida se introdujo en una estufa a una temperatura de 105° C por 12 hrs. Se enfrió en un desecador (silica-gel) y se registró el peso. El porcentaje de grasa obtenido fue calculado mediante la expresión:

$$\%grasa = \frac{\text{peso.matraz.con.muestra} - \text{peso.de.matraz.solo}}{\text{gramos.de.muestra}} \times 100$$

FIBRA CRUDA

El análisis de fibra cruda consiste en 2 fases:

En la primera fase, se colocaron 2 gramos de muestra desgrasada en un vaso de berzelius y 100 ml de ácidos sulfúrico 0.255 N., éste se sometió a ebullición por 30 minutos y después se lavó con 100 ml., de agua destilada caliente. La segunda fase, se midió 100 ml., de NaOH 0.313 N y se colocó en el mismo vaso, en seguida, se calentó a ebullición por 30 min. Y se lavó con 100 ml., de agua destilada caliente.

La fibra obtenida se colocó en un crisol de porcelana y se introdujo en una estufa a una temperatura de 105° C por 24 horas. Después de este tiempo se registró el peso del crisol y finalmente la muestra se calcinó a 600° C por 5 horas en una mufla.

El porcentaje de fibra se calculó mediante la fórmula:

$$\% \text{ fibra} = \frac{\text{peso.crisol.muestra.seca} - \text{peso.crisol.con.cenizas}}{\text{gramos.de.muestra}} \times 100 =$$

(AOAC DE 1980)., DETERMINACIÓN DE CLORUROS

Se tomó 5 ml., de la muestra de cada lavado, y se les agregó 2 gotas de indicador cromato de potasio, se titularon con nitrato de plata .1N. (AgNO₃).

Para calcular los milieq./lt., de cloruros se utilizó la fórmula:

$$\text{milieq.cloruros} = \frac{(\text{ml.gastados})(N.AgNO_3)}{\text{ml.demuestra.}} \times 1000 =$$

TÉCNICA PARA LA DETERMINACIÓN DE EL ÍNDICE DE ACIDEZ.

Material y equipo.

- Matraz erlenmeyer de 300 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Bureta con capacidad de 50 ml.
- Balanza analítica con una sensibilidad de 0.1 mg.

Reactivos:

- Solución alcohólica de KOH al 0.5 N.
- Solución alcohólica de fenoftaleina a 0.1%.
- Mezcla de alcohol etílico al 96% y eter etílico (1:1) neutralizada con alguna solución de alcali 0.1 N (NaOH).

Procedimiento

Disolver 10 gr., de muestra seca en 150 ml. De la mezcla de alcohol – éter etílico.

- 1) Agitar y titular con la solución alcohólica de KOH usando fenoftaleina como indicador.

La fórmula para calcular el índice de acidez es la siguiente:

$$I.A = \frac{(ml.gast.NaOH.en.titulación)(N.KOH)(56.108)}{gramos.de.muestra} =$$

ÍNDICE DE ACIDEZ (SEGÚN IUPAC 1964)**Material y equipo**

- Matraz erlenmeyer de 300 ml.
- Probeta de 100 ml.
- Bureta con capacidad de 50 ml.
- Balanza analítica con una sensibilidad de 0.1 mg.

Reactivos

- Solución alcohólica de KOH al 0.5 N.
- Solución alcohólica de fenoftaleina a 0.1%.
- Mezcla de alcohol etílico al 96% y eter etílico (1:1) neutralizada con alguna solución de alcali 0.1 N (NaOH).

Procedimiento:

- 2) Disolver 10 gr., de muestra seca en 150 ml. De la mezcla de alcohol – éter.
- 3) Agitar y titular con la solución alcohólica de KOH usando fenoftaleina como indicador.

Cálculos:

calcular la acidez como grado de acidez expresado como en grado de acidez expresado en porcentaje de ácido oleico o como índice de acidez expresado en miligramos de KOH.

Formula para determinar el índice de acidez:

$$I.A = \frac{56.108 \times V \times N}{P} =$$

V = ml., gastados en la titulación.

P = peso de la muestra.

N = normalidad exacta de la solución de KOH utilizado.

ÍNDICE DE PERÓXIDOS

Principio.

Se denomina índice de peróxidos a los miliequivalentes de oxígeno activo contenidos en un kilogramo de la materia ensayada, calculados a partir del yodo liberado del yoduro potásico, operando en las condiciones que se indican en la metodología.

Las sustancias que se oxidan el yoduro potásico en las condiciones descritas se supone son peróxidos u otros productos similares de oxidación de la grasa, por lo que índice obtenido puede tomarse, en una primera aproximación, como una expresión cuantitativa de los peróxidos de la grasa.

Materiales y aparatos:

- Navecilla de vidrio de aproximadamente 3 ml., para pesado de la grasa.
- Matraces con tapón esmerilado, de aproximadamente 250 ml., previamente secado y llenos de gas inerte (anhidro carbónico o nitrógeno).

Reactivos:

- Cloroformo, para análisis, exento de oxígeno por barboteo de una corriente de gas inerte puro y seco.
- Ácido acético glacial puro exento de oxígeno.
- Solución acuosa saturada de yoduro potásico, exento de yodo y yodatos.
- Soluciones acuosas de tiosulfato sódico 0.001 N y 0.002 N exactamente valoradas.
- Solución indicadora de almidón al 1 por 100 en agua destilada.

Procedimiento.

Agregar 10 ml., de cloroformo, en la cual se disuelve rápidamente la grasa por agitación, agregar 150 ml., de ácido acético glacial y 1 ml., de la solución acuosa de yoduro potásico.

Cerrar el matraz y mantener en agitación durante un minuto, imprimiéndole un suave movimiento de rotación, conservarlo después en la oscuridad durante 5 minutos; transcurridos este tiempo, agregar 75 ml de agua, agitar vigorosamente y valorar el yodo liberado con una disolución de tiosulfato 0.002 N., para los aceites inferiores o igual a 20, y 0.01 N para los índices más elevados.

Paralelamente se efectúa un ensayo testigo, sin aceite, que debe de dar un índice nulo.

Cálculos.

El índice de peróxidos se expresa en miliequivalentes oxígeno por kilogramo de muestra, y se calculará aplicando la fórmula siguiente.

$$I.P. = \frac{(a - b) \times 1.269}{m}$$

Donde:

a=tiosulfato en ml., consumido en la valoración de la prueba.

b = tiosulfato en ml., consumido en la valoración del blanco

m =peso en gramos, de la muestra de grasa tomada para la determinación.

ÍNDICE DE SAPONIFICACIÓN

Material y equipo:

- Matraz bola de 250 ml.
- 2 buretas con una capacidad de 25 ml.
- refrigerante.
- Parrilla.
- balanza analítica con una sensibilidad de 0.1 mg.

Reactivos:

- solución de ácido clorhídrico al 0.5 N.
- Solución alcohólica de hidróxido de potasio 0.1 N.
- Solución alcohólica de fenoftaleína al 1 %.

Procedimiento.

- ❖ Pesar 1 gramo de muestra
- ❖ Pasarla a un matraz bola de 250 ml.
- ❖ Añadir 25 ml., de la solución de hidróxido de potasio medidas con bureta
- ❖ poner a reflujo de 30 a 60 minutos.
- ❖ Titular en caliente con la solución de ácido clorhídrico y fenoftaleína como indicador.
- ❖ Simultáneamente correr un blanco.

Formula para calcular índice de saponificación.

$$I.S. = \frac{(C_1 - C_2)28.05}{m} =$$

C1= ml., de ácido clorhídrico 0.5 N empleado en la titulación del testigo.

C2= ml., de ácido clorhídrico 0.5 N empleado en la titulación del problema.

m. = peso de la muestra.

Determinación del índice de yodo por el método de Wijs

El índice de yodo denota el porcentaje en peso de halógeno, calculado como yodo, absorbido en las condiciones del ensayo.

Procedimiento.

Se preparan dos frascos secos y tapados, A y B, de 250 a 400 ml. de capacidad.

Se vierte algo del aceite en un vasito conteniendo una pequeña varilla y se pesa con cuatro cifras decimales. Se transfiere la muestra A con ayuda de la varilla y se pesa de nuevo. El peso aproximado en g de muestra a tomar se puede calcular de la expresión siguiente:

10

índice.de.yodo.mas.alto.esperado.

Después se añaden, en A y en B , 5 ml., de tetracloruro de carbono medido con una probeta seca, asegurándose que la muestra se disuelve (sí A contiene una grasa sólida se funde por calentamiento antes de la adición). Todas las operaciones que siguen se realizan para A Y B.

Se añaden 100 ml exactos de disolución de wijs (a) con una pipeta (tapada con algodón entre la señal y la parte superior) se mezcla bien haciendo girar la disolución y se coloca el tapón; dicho tapón se habrá humedecido previamente con disolución de yoduro de potásico al 10%. Se deja en reposo en la oscuridad durante 30 min., y a continuación 10 ml., de disolución de KI al 10% y 50 ml de agua destilada. Se agita todo y se valora cuidadosamente con disolución de tiosulfato sódico 0.1N durante la valoración, de tiempo en tiempo, se inserta el tapón en el frasco y se agita. Cuando la capa acuosa, después de agitar adquiere un color amarillo muy pálido, se añade disolución de almidón y se continúa la valoración, momentos antes de alcanzar el punto final, después de la adición de cada gota, se pone el tapón y se agita el frasco.

Si los volúmenes de tiosulfato 0.1 N gastados son A ml para la muestra y B ml para el blanco.

Formula para calcular el índice de yodo:

$$\text{índice.de.iodo} = \frac{(B - A) \times 0.01269 \times 100}{\text{peso.de.aceite.o.grasa.en.gramos.}}$$