

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA “ANTONIO NARRO”

DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

DEPARTAMENTO DE CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS



**Efecto de la refinación en la composición y características
físicoquímicas del aceite de semillas de calabacilla
loca (*Cucurbita foetidissima* HBK)**

POR

NANCY ELIZABETH DEL SOCORRO SILVA GÓMEZ

T E S I S

Presentada como requisito parcial para obtener el título profesional de

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

Junio de 2018

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA "ANTONIO NARRO"
DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL**

Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos

**Efecto de la refinación en la composición y características
físicoquímicas del aceite de semillas de calabacilla
loca (*Cucurbita foetidissima* HBK)**

TESIS

Presentada por

NANCY ELIZABETH DEL SOCORRO SILVA GÓMEZ

y que somete a consideración del H. Jurado Examinador como requisito parcial para
obtener el título profesional de

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

Fue dirigida por el siguiente comité

APROBADA

M.P. Francisco Hernández Centeno
Presidente

Dra. María Hernández González
Vocal

M.C. Haydee Yajaira López De la Peña
Vocal

M.C. Emilio Ochoa Reyes
Vocal suplente

Dr. José Dureñez Alanís
Coordinador de la División de Ciencia Animal

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

Junio de 2018



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA AGRARIA "ANTONIO NARRO"
DIVISIÓN DE CIENCIA ANIMAL

Departamento de Ciencia y Tecnología de Alimentos

**Efecto de la refinación en la composición y características
físicoquímicas del aceite de semillas de calabacilla
loca (*Cucurbita foetidissima* HBK)**

T E S I S

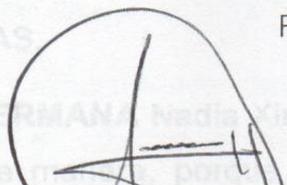
Presentada por

NANCY ELIZABETH DEL SOCORRO SILVA GÓMEZ

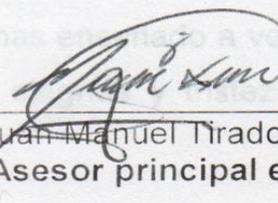
como requisito parcial para obtener el título profesional de

INGENIERO EN CIENCIA Y TECNOLOGÍA DE ALIMENTOS

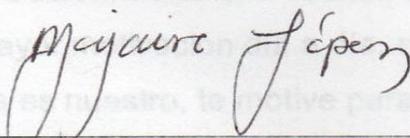
Fue dirigida por el siguiente comité:



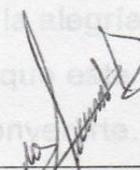
M.P. Francisco Hernández Centeno
Asesor principal Interno



Dr. Juan Manuel Tirado Gallegos
Asesor principal externo



M.C. Haydee Yajaira López De la Peña
Co-asesor



Dra. María Hernández González
Co-asesor



M.C. Emilio Ochoa Reyes
Co-asesor externo

Buenavista, Saltillo, Coahuila, México

Junio de 2018

DEDICATORIAS

A DIOS por bendecirme todos los días con mucho más de lo que merezco, por no soltarme de tu mano, y por guiarme siempre por el camino que tú has planeado para mí.

A MIS PADRES Martín Silva Vázquez y Margarita Gómez Flores, a quienes me han brindado a manos llenas su apoyo y confianza, a ellos les dedico estas palabras como reconocimiento a su esfuerzo constante y su apoyo incondicional en el transcurso de mi vida.

Sabiendo que jamás podré pagar todos sus desvelos, lucha y esfuerzo ni con las riquezas más grandes del mundo, quiero que sientan que éste logro no es solo mío, si no es también de ustedes, porque yo sin ustedes no sería lo que ahora he llegado a ser.

Por esto que digo y por todo lo que callo, todo mi agradecimiento, mi respeto y mi amor a los seres que más amo sin duda alguna.

GRACIAS.

A MI HERMANA Nadia Ximena Silva Gómez porque me has enseñado a ver la vida de diferente manera, porque me has acompañado en mis alegrías y tristezas, por ser siempre mi mejor amiga y mi apoyo incondicional.

A MI SOBRINA Natalia Jazmín Estrada Silva, por devolverme la vida, la alegría y por ser mi mayor motivación día a día, espero poder ser un ejemplo para ti, y que este logro que ahora es nuestro, te motive para ser la persona en quien tú deseas convertirte.

A MIS ABUELOS María de la Luz Flores Hernández (†), Onésimo Gómez Hernández, Ernestina Vázquez Lira y Ramón Silva Carreón (†) por nunca dudar de mí, por apoyarme incondicionalmente hasta el último momento, por ser siempre la máxima inspiración y por sentirse orgullosos de mi todo el tiempo, a pesar de haberles fallado tanto, les dedico este logro que un día les prometí y que ahora puedo cumplirles.

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Paul Baruk Zamudio Flores, Responsable del Laboratorio de Carbohidratos, Empaques y Alimentos Funcionales del CIAD, A.C. – unidad Cuauhtémoc, por su colaboración para el uso de los equipos de análisis, y al Dr. Juan Manuel Tirado Gallegos, por su valiosa colaboración en la realización de los análisis instrumentales de caracterización reológica.

Se agradece el apoyo técnico al M.C. Emilio Ochoa Reyes, del Laboratorio de Fitoquímicos, al M.C. Francisco Javier Molina Corral, técnico del Laboratorio de Tecnología de Alimentos de Origen Vegetal del CIAD, A.C. – Unidad Cuauhtémoc, al Dr. Ramiro Baeza Jiménez, del Laboratorio de Biotecnología y Bioingeniería del CIAD, A.C. – Unidad Delicias, y al Dr. Ramiro López Trujillo y el TLQ Carlos Alberto Arévalo Sandoval del laboratorio de Nutrición Animal de la UAAAN, por su valiosa colaboración en el análisis de cromatografía de gases.

Al M.P Francisco Hernández Centeno por su entera disposición y accesibilidad al momento de realizar mi trabajo de tesis, nunca voy a poder pagar todo el apoyo que me brindó en tantos meses de trabajo, gracias por siempre estar ahí cuando lo necesité y por no dejar que me rindiera cuando más débil me sentía. Infinitamente mis más sinceros agradecimientos hoy, mañana y siempre.

A mis profesores por su dedicación y compromiso para ayudarme a cumplir el objetivo de ser un ingeniero en ciencia y tecnología de alimentos.

CONTENIDO

DEDICATORIAS	iv
AGRADECIMIENTOS	v
INDICE DE FIGURAS	ix
INDICE DE TABLAS	x
RESUMEN	xi
I. INTRODUCCIÓN	12
II. JUSTIFICACIÓN	13
III. HIPÓTESIS	14
IV. OBJETIVOS	15
4.1. General	15
4.2. Específicos.....	15
V. REVISIÓN DE LITERATURA	16
5.1. Definición y clasificación de lípidos	16
5.1.1. Aceites comestibles	17
5.1.1.1. Composición química general de los aceites vegetales	17
5.1.1.2. Importancia y principales fuentes	18
5.1.1.3. Clasificación comercial de los aceites vegetales comestibles	19
5.1.1.4. Producción nacional	19
5.1.1.5. Importaciones.....	21
5.2. Métodos de extracción	22
5.2.1. Métodos Físicos	22
5.2.1.1. Prensado.....	23
5.2.1.2. Extracción con CO ₂ supercrítico	24
5.2.2. Métodos Químicos.....	24
5.2.3. Implicaciones ambientales y toxicológicas	25
5.3. Refinación de aceites comestibles	25
5.3.1. Refinación física	26
5.3.2. Refinación química	27
5.3.3. Ventajas y desventajas de los métodos de refinación.....	28
5.4. Fuentes alternativas no convencionales de aceites comestibles	28

5.5.	Calabacilla loca (<i>Cucurbita foetidissima</i> HBK).....	30
5.5.1.	Generalidades	30
5.5.2.	Clasificación taxonómica	32
5.5.3.	Distribución en México.....	32
5.5.4.	Composición química	33
5.6.	Conceptos básicos de reología	34
5.6.1.	Viscosidad	34
5.6.2.	Fluidos newtonianos y no newtonianos	35
5.7.	Conceptos básicos de análisis de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).	36
VI.	MATERIALES Y MÉTODOS	37
6.1.	Recolección del material biológico	37
6.1.1.	Sitio de recolección.....	37
6.1.2.	Selección de frutos	37
6.1.3.	Extracción de las semillas.....	38
6.1.4.	Selección por densidad	38
6.1.5.	Secado	38
6.1.6.	Determinación de la densidad	39
6.1.7.	Reducción de partícula	39
6.1.8.	Tamizado.....	39
6.1.9.	Lavado.....	39
6.1.10.	Secado	40
6.2.	Análisis proximal	40
6.2.1.	Humedad y materia seca total	40
6.2.2.	Proteína.....	41
6.2.3.	Extracto etéreo	41
6.2.4.	Fibra total	42
6.2.5.	Cenizas	43
6.3.	Extracción y estudio del aceite crudo (ASCL crudo).....	43
6.3.1.	Extracción del ASCL crudo	43
6.3.2.	Determinación de color	44
6.3.3.	Determinación del perfil de ácidos grasos	44

6.3.4.	Análisis de espectro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)	45
6.3.5.	Perfil reológico.....	45
6.4.	Refinación del ASCL crudo	46
6.4.3.	Análisis instrumental del aceite refinado (ASCL refinado).....	47
6.5.	Análisis estadístico.....	47
VII.	RESULTADOS Y DISCUSIONES	48
7.1.	Recolección del material biológico	48
7.2.	Análisis proximal	48
7.3.	Obtención de aceite crudo, refinación y análisis instrumental	49
7.3.1.	Determinación de color	49
7.3.2.	Perfil de ácidos grasos	50
7.3.3.	Espectro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR).....	53
7.3.4.	Perfil reológico.....	54
VIII.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	57
IX.	REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	58
X.	ANEXOS	66

INDICE DE FIGURAS

Figura 1. Producción nacional mexicana de aceites y grasas comestibles y su pronóstico de crecimiento	20
Figura 2. Importaciones mexicanas de aceites vegetales en el periodo 2010 – 2014.....	21
Figura 3. Planta de calabacilla loca (<i>C. foetidissima</i> HBK)	32
Figura 4. Lugar de recolección de material biológico.....	37
Figura 5. Frutos maduros de calabacilla loca (<i>C. foetidissima</i> HBK).....	38
Figura 6. Semillas de calabacilla (<i>C. foetidissima</i> HBK) secadas a convección natural.....	39
Figura 7. Valores de color (L a* b*) en ASCL crudo y refinado.	50
Figura 8. Perfil de ácidos grasos de ASCL crudo y refinado.....	51
Figura 9. % de ácidos grasos saturados e insaturados en ASCL crudo y refinado.	52
Figura 10. Espectro IR de ASCL crudo y refinado (superpuestos).....	53
Figura 11. Comportamiento promedio de la viscosidad del ASCL crudo y refinado a temperatura y esfuerzo cortante constantes (25 ± 1 °C y 100 s^{-1}) a través del tiempo. .	55
Figura 12. Diferencia entre la viscosidad de ASCL crudo y refinado a temperatura ambiente (25 ± 1 °C).	56

INDICE DE TABLAS

Tabla 1. Categorías de lípidos y ejemplos típicos	16
Tabla 2. Clasificación taxonómica para la calabacilla loca (<i>C. foetidissima</i> HBK)	32
Tabla 3. Composición proximal de las semillas molidas, tamizadas, lavadas y secas de calabacilla loca (<i>C. foetidissima</i> HBK).....	48

RESUMEN

La demanda cada vez más creciente de aceites vegetales para la industria alimentaria y el uso doméstico ha orillado a la búsqueda de nuevas fuentes de esta materia prima multifuncional. En las últimas décadas se han explorado en el mundo varias fuentes no convencionales que han mostrado su potencial para complementar o acrecentar la oferta de aceites vegetales comestibles en el mercado. Una de esas fuentes no convencionales son las semillas de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima* HBK), una planta que crece silvestre en las regiones semidesérticas de Norteamérica, la cual, por los pocos cuidados agronómicos que exige, es una fuente interesante para explorar. Sin embargo, no basta con la obtención del aceite crudo, sino que es necesaria su refinación y caracterización, a fin de que pueda evaluarse como una propuesta válida de aceite vegetal comestible. El proceso de refinación química a la que son sometidos la mayoría de los aceites vegetales comestibles comerciales puede ocasionar alteraciones en su estructura y composición, por lo que este estudio se enfocó en explorar si dichos cambios ocurren en el aceite de semillas de calabacilla loca (ASCL) durante el proceso de refinación. Los resultados obtenidos demostraron un esperado contenido de lípidos en las semillas a estudiar. Después de la refinación del aceite, se encontraron cambios en el color, y por cromatografía de gases se evidenció un cambio en el perfil de ácidos grasos respecto a la proporción de saturados e insaturados. Por otro lado, el análisis FTIR no detectó cambios en la composición estructural; sin embargo, la caracterización reológica demostró una variación importante en la viscosidad del aceite a temperatura ambiente después de refinarse, como consecuencia de la disminución de los ácidos grasos insaturados. Por todo lo anterior, se concluyó que el proceso de refinación afectó las características físico – químicas del ASCL crudo.

I. INTRODUCCIÓN

Desde siempre, la búsqueda de alimentos ha sido una actividad esencial de las poblaciones humanas para satisfacer su necesidad vital de nutrirse. El hombre prehistórico observaba lo que animales de otras especies consumían y experimentaba para sí mismo aquellos alimentos frescos que, posiblemente, le ayudaran a sobrevivir.

A fin de aprovechar los alimentos de manera más eficiente, la transformación de los mismos se hizo necesaria. El uso del calor fue un parteaguas en su procesamiento, pero enseguida seguramente se descubrió que las grasas jugaban un papel protagónico en el sabor y la textura de los mismos. Más tarde, a consecuencia de ello, se originaría la tecnología del freído, quizá a la par con la del horneado, para lo cual fue necesario el descubrimiento de materias primas que permitieran lograr texturas crujientes o esponjosas, con un sabor muy distinto al del alimento crudo y, en muchos casos, modificando para bien la biodisponibilidad de nutrientes en ellos.

Esas materias primas han sido los aceites. Obtenidos de diferentes fuentes, principalmente de semillas oleaginosas y de algunos animales, como el caso de algunos peces como el bacalao y el tiburón, han sido un auxiliar tecnológico importante en la industria de la transformación de alimentos. Es por eso que, ante la demanda de una población cada vez más numerosa y exigente, y ante la escasez en la oferta de materias primas de las cuales extraer aceites comestibles, se hace necesaria la búsqueda de nuevas fuentes de los mismos y asegurarse de que conservan sus propiedades intrínsecas aún después del proceso de extracción y refinación. El ASCL representa una posible alternativa para ayudar a dar solución a esta problemática, lo que ha sido motivo de estudio en el presente proyecto.

II. JUSTIFICACIÓN

La finalidad de una búsqueda o experimentación es la de encontrar soluciones útiles a las problemáticas que se presentan día con día. Para este caso, el explorar una fuente alternativa de aceite comestible representa la intención de aportar un posible paliativo a la escasez de semillas oleaginosas que se procesan en México.

Desde hace décadas, el sector productivo mexicano ha tenido que importar la mayor parte de su demanda de semillas oleaginosas desde otras latitudes, lo que ha acortado y ha hecho vulnerable a su independencia alimentaria como nación. Es por ello que se hace indispensable explorar nuevas fuentes de aceite comestible existentes entre los recursos naturales del país que permitan la satisfacción de la demanda de materias primas necesarias en la cadena de transformación de alimentos.

Los recursos naturales del país muchas veces no son explotados, ya sea por falta de tecnología o por falta de conocimiento. Apelando a esto último, se hace necesario conocer el potencial de las especies existentes en el territorio nacional y encausarlas hacia la industria de la transformación, para que sean aprovechadas como es debido.

En el caso de las regiones semiáridas de México, existen recursos valiosos, algunos inexplorados y otros olvidados, que pueden ayudar a aliviar varias de las problemáticas en relación a la escasez de materias primas alimenticias, ayudado por la poca exigencia en cuanto a cuidados agronómicos. Uno de esos recursos es la calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) (Granados-Sánchez y López-Ríos, 1999): en sus semillas, ricas en aceite y proteína, podría estar parte de la solución a la escasez de oleaginosas para la industria mexicana, debido a lo cual ha sido motivo para el presente estudio y otros previos.

III. HIPÓTESIS

H₀: El proceso de refinación del aceite de semillas de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) impacta significativamente en su composición y propiedades físico – químicas.

H₁: El proceso de refinación del aceite de semillas de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) no afecta la composición ni sus propiedades físico – químicas.

IV. OBJETIVOS

4.1. General

Determinar el efecto del proceso de refinación en la composición y propiedades físico – químicas del aceite obtenido de las semillas de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK).

4.2. Específicos

- a) Obtener y determinar la composición química de las semillas.
- b) Obtener aceite crudo a partir de las semillas.
- c) Determinar la composición y propiedades físico – químicas del aceite crudo.
- d) Refinar el aceite extraído.
- e) Determinar la composición y propiedades físico – químicas del aceite refinado.
- f) Comparar entre la composición y propiedades físico – químicas del aceite antes y después del proceso de refinación.

V. REVISIÓN DE LITERATURA

5.1. Definición y clasificación de lípidos

Tradicionalmente se ha definido a los lípidos como sustancias solubles en solventes orgánicos; sin embargo, con el tiempo esta definición ha dejado de ser la más adecuada y precisa, por lo que en 2005 se propuso una nueva definición y un sistema de clasificación de los lípidos mucho más exhaustivo (Fahy *et al.*, 2005).

Tabla 1. Categorías de lípidos y ejemplos típicos

Categoría	Ejemplo
Ácidos grasos	Ácido oléico
Glicerolípidos	Triglicérido
Glicerofosfolípidos	Fotidilcolina
Esfingolípidos	Esfingosina
Esteroles	Colesterol
Isoprenoides	Farnesol
Glucolípidos	UDP-3-O(3 hidroxitetradecanoil)- N-acetilglucosamina
Policétidos	Aflatoxina

Adaptado de Fahy *et al.* (2005), tomado de FAO (2010)

La nueva definición parte de una base química y define a los lípidos como pequeñas moléculas hidrófobas o anfipáticas (o anfifílicas) que pueden originarse completamente o en parte a través de condensaciones de tioésteres o unidades de isopreno. El sistema de clasificación de los lípidos que se propuso permite catalogar los lípidos y sus propiedades siguiendo unas pautas que son compatibles con otras bases de datos macromoleculares. Partiendo de este enfoque, los lípidos de los tejidos biológicos se clasifican en ocho categorías diferentes tal y como se puede apreciar en la Tabla 1. Cada categoría presenta a su vez distintos tipos y subtipos de moléculas (Fahy *et al.*, 2005).

5.1.1. Aceites comestibles

Los aceites vegetales son compuestos orgánicos obtenidos a partir de semillas u otras partes de las plantas en cuyos tejidos se acumula como fuente de energía. Son ésteres formados por unión de ácidos grasos con glicerol. Constituyen los compuestos más estables, no son fácilmente degradables, no se disuelven en el agua y tienen una densidad menor que esta (Tabio-García *et al.*, 2017). Esta definición concuerda con la establecida para aceites vegetales comestibles en la norma CODEX-STAN 210 – 1999 (FAO, 2017).

5.1.1.1. Composición química general de los aceites vegetales

Las grasas y los aceites están formados por un gran número de compuestos orgánicos, entre los que se incluyen los ácidos grasos, monoglicéridos, diglicéridos, triglicéridos, fosfolípidos, eicosanoides, resovinas, docosanoides, esteroides, ésteres de esteroides, carotenoides, vitaminas liposolubles, alcoholes grasos, hidrocarburos y ésteres de ceras (FAO, 2010).

La composición química de los aceites vegetales corresponde en la mayoría de los casos a una mezcla de 95 % de triglicéridos y 5 % de ácidos grasos libres, esteroides, ceras y otros componentes minoritarios, según lo refieren Tabio-García *et al.*, (2017).

Según reporta Medina (2010), los aceites vegetales se componen de dos fracciones lipídicas:

La **fracción saponificable** comprende a los β -triglicéridos, los cuales pueden ser ésteres simples o mixtos del glicerol y ácidos alifáticos de cadena larga, saturados y no saturados, llamados ácidos grasos; estos últimos comprenden el 95 % del peso del triglicérido, le confiere todas sus propiedades físicas y químicas, y es su porción más reactiva.

La **fracción insaponificable** (< 2 % de la composición) comprende a otros compuestos presentes en los aceites vegetales, tales como: β -esteroles, fitoesteroles (que hacen posible la identificación del origen del aceite) y antioxidantes, como los tocoferoles (Vitamina E).

Calvo-Grajales (2003) refiere que los ácidos grasos más comunes en la composición general de los aceites vegetales son el láurico (12:0), mirístico (14:0), palmítico (16:0), esteárico (18:0), oleico (18:1), linoleico (18:2), α -linoleico (18:3) y erúcico (22:1).

5.1.1.2. Importancia y principales fuentes

Los ácidos grasos constituyen los principales componentes de los lípidos y son necesarios en la nutrición humana como fuente de energía y para cumplir con funciones de carácter metabólico y/o estructural (FAO, 2010).

Los aceites y grasas se han utilizado desde siempre para procesar y condimentar los alimentos; además, poseen características y propiedades que los hacen indispensables en el metabolismo y estructura de los seres vivos y necesarios en diversos procesos de la industria de alimentos (Medina, 2010):

- ✓ Son reservorio y fuente de energía (9 kcal/g).
- ✓ Funcionan como vehículo de vitaminas liposolubles (A, D, E, K).
- ✓ Favorecen la absorción de calcio.
- ✓ Forman parte del mecanismo de transporte a través de la membrana celular de otros compuestos de naturaleza lipídica.
- ✓ Funcionan como lubricantes y/o plastificantes.
- ✓ Son buenos conductores de calor.
- ✓ Comunican sabores y texturas a los alimentos.

Actualmente, el consumo de aceites vegetales ha desplazado al consumo de grasas de origen animal, debido a que estas últimas se han relacionado con enfermedades crónico-degenerativas, cardiovasculares y del metabolismo (obesidad), según lo refiere Cefla-Miranda (2015).

Los aceites vegetales comestibles se obtienen principalmente a partir de semillas oleaginosas (70 % de la producción mundial) tales como soya, girasol, cártamo, colza o algodón, pero también suelen obtenerse de otras fuentes como el maíz, la palma de aceite, el coco, el olivo o el almendro (Proexport Colombia, 2004), y también a partir de frutos oleaginosos como el aguacate y el coco (Grasso, 2013).

Según reportan Tabio-García *et al.*, (2017), existen también diversos aceites de origen animal que han llegado a consumirse, como el de ballena, el de foca y el de hígado de bacalao, pero actualmente para aplicaciones en alimentos se utilizan principalmente aquellos extraídos de tejidos vegetales (semillas, frutos y raíces).

5.1.1.3. Clasificación comercial de los aceites vegetales comestibles

Los aceites se pueden clasificar en dos categorías: los vegetales puros, los cuales se obtienen de un solo tipo de semilla y pueden ser comestibles o no comestibles (p.e. el de ricino), y los vegetales comestibles, los cuales se elaboran con uno o más aceites de las diferentes variedades que hay en el mercado (Legiscomex, 2015).

5.1.1.4. Producción nacional

Hasta la década del 50 del siglo XX, el consumo mantenía una proporción similar entre grasas de origen animal y aceites de origen vegetal, situación que cambió 10 años después, cuando la soya se consolidó como la principal fuente de aceite vegetal comestible e inició el fuerte repunte de la industria aceitera global. Lo mismo sucedió en

México (Proexport Colombia, 2004). Sin embargo, México no es un país con gran producción de aceites y grasas comestibles, y su elaboración está a cargo de unas pocas empresas, tales como Associated British Foods Plc, Fábrica de Jabón la Corona, SA de CV, Unilever de México, S de RL de CV y Ragasa Industrias, SA de CV, que acaparan aproximadamente el 75 % de participación del mercado nacional (Seale & Associates, 2017).

A pesar de la poca producción, durante los últimos años la oferta de aceites y grasas comestibles nacionales ha ido incrementándose de manera lenta (apenas 1.8 % anual), pero sostenida (Fig. 1), aunque en términos de valor monetario el crecimiento ha sido el doble del de la producción (3.6%), alcanzando en 2017 un valor de \$34.6 mil millones y los pronósticos indican que esta tendencia seguirá en el futuro, según lo reportado por Seale & Associates (2017).

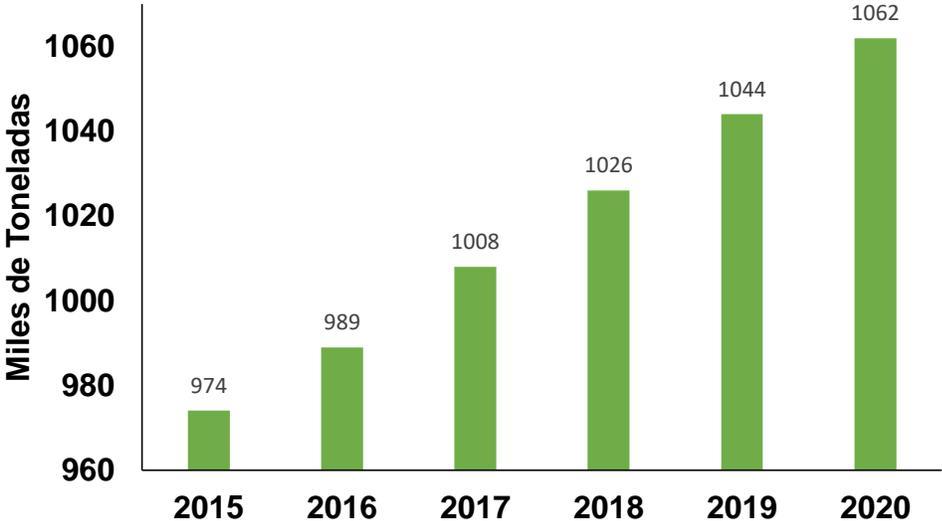


Figura 1. Producción nacional mexicana de aceites y grasas comestibles y su pronóstico de crecimiento (Seale & Associates, 2017)

5.1.1.5. Importaciones

Al ser un producto que pertenece a la canasta básica familiar, la demanda de aceites vegetales tanto nacional como internacional es relativamente alta, lo que significa que, para cubrir la demanda interna del país, México debe importar grandes cantidades de semillas oleaginosas (Legiscomex, 2015).

Hasta 2004, a pesar de poseer una infraestructura importante para la producción aceitera, México importaba hasta el 80 % de la materia prima para dicho proceso, lo que lo hizo dependiente de los mercados internacionales tanto de oleaginosas, como de aceite en bruto, que entonces representaba hasta el 33 % de su consumo nacional general (Proexport Colombia, 2004). Para 2015, esta situación no había cambiado, según lo reporta Legiscomex (2015), quienes reportaron que las importaciones de oleaginosas habían tenido un crecimiento promedio anual, de 2010 a 2014, del 5.3 %, no así las importaciones de aceite vegetal, las cuales mostraron una tendencia a la baja en el mismo periodo (Fig. 2).

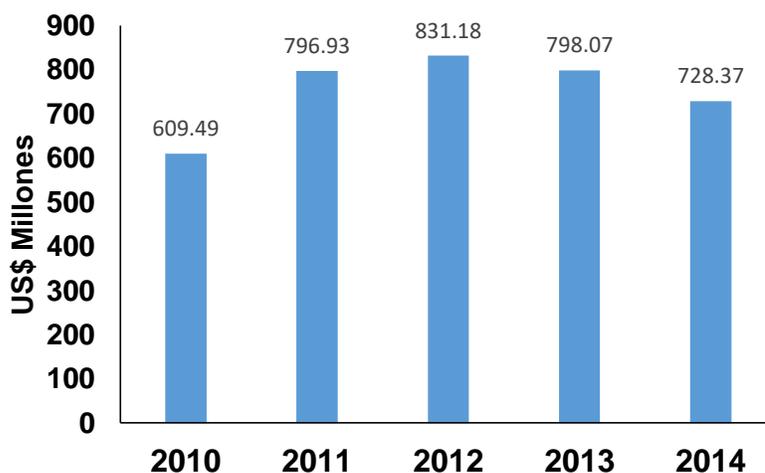


Figura 2. Importaciones mexicanas de aceites vegetales en el periodo 2010 – 2014 (Legiscomex, 2015, con información de la Secretaría de Economía).

Según cifras de la Secretaría de Economía de México, en el 2014 las compras de aceites vegetales en el exterior fueron de US\$728.37 millones, un 8.7 % menos de lo registrado en 2013, por lo que, debido a que la oferta crece de manera lenta, la demanda de este tipo de producto de consumo en México tiene que seguir siendo satisfecha con producto importado (Seale & Associates, 2017), ya que esta se ha visto incrementada por los cambios en los hábitos de consumo de la población, que busca incluir cada vez más alimentos sanos en su dieta (Legiscomex, 2015).

5.2. Métodos de extracción

Para obtener los aceites de las semillas oleaginosas, Monteza-Almeyda & Samamé-Barboza (2016) mencionan que se parte de las semillas preferentemente maduras, que suelen contener hasta un 30 % más de aceite que las mismas semillas verdes. La extracción de la fase grasa puede realizarse mediante métodos físicos (presión) o mediante disolventes (hexano), este último se debe complementar con un proceso de refinado (González-Pérez, 2008).

De acuerdo con Grasso (2013), la diferente composición y estructura de las semillas y frutos oleaginosos condiciona el proceso de extracción del aceite. Los procesos más comunes de extracción son simples y con costos de operación relativamente bajos, aunque, como todos los procesos, presentan ventajas y desventajas.

5.2.1. Métodos Físicos

Los métodos físicos de extracción de aceite a partir de oleaginosas tienen la ventaja de preservar todas las propiedades de los mismos, incluyendo pigmentos, fitoquímicos, entre otros compuestos; sin embargo, sus desventajas son importantes, sobre todo en el aspecto económico, ya que se obtienen bajos rendimientos en volumen, lo que puede

compensarse de alguna forma con el mayor precio que alcanzan los aceites vírgenes en el mercado (Monroy-López, 2007; Grasso, 2013).

5.2.1.1. Prensado

Es un método utilizado para procesar semillas oleaginosas con un alto contenido de aceite (> 20% en base seca) y puede ser en frío o en caliente (Grasso, 2013). González-Pérez (2008) expone que el método más antiguo de extracción de aceite es el prensado en frío, este favorece la obtención de aceites con las mismas características biológicas que tenía cuando se encontraba en la semilla o fruto. Primeramente, la semilla se descascara parcialmente y se limpia mediante ventilación y cribado para eliminar impurezas. La semilla limpia se lleva a la prensa: un extrusor a tornillo sin fin. Aquí se vigila especialmente que la temperatura generada por la presión no supere los 45° C para asegurar la estabilidad molecular de los ácidos grasos poliinsaturados. Se evita así también la disolución de ceras y otras sustancias.

Actualmente se sigue utilizando este método, en el cual para obtener los aceites de las diferentes semillas se utilizan distintos tipos de prensas y extractores (Cefla-Miranda, 2015). Primeramente, se cuecen las semillas, con el objeto de romper parcialmente su estructura celular y permitir que suelte la grasa fundida, este propósito también puede alcanzarse triturándolas mediante molinos. Durante la cocción, el agua se evapora o se añade con el objeto de que el material adquiera la humedad óptima para la extracción. La temperatura y el contenido de humedad más indicados depende del sistema de extracción; las presas hidráulicas requieren mayor humedad que los extractores. La temperatura de cocción debe ser mínima para evitar el oscurecimiento del aceite. El aceite obtenido se limpia de los restos de semillas mediante filtración, impulsándolo por

bombeo a través de filtros de tela o bien mediante centrifugación (Potter & Hotchkiss, 1995).

5.2.1.2. Extracción con CO₂ supercrítico

Según lo refiere Monroy-López (2007), la extracción por este método se realiza a 40 °C y presiones entre 300 y 500kg/cm², a un flujo de CO₂ de 500 mL/min. Esta es una tecnología que permite obtener rendimientos aún mayores que el que se puede alcanzar con la extracción por medio de solventes, eliminando a la vez las desventajas que esa metodología presenta; sin embargo, es una tecnología poco rentable debido a los altos costos que implica su implementación y operación (Monroy-López, 2007; Ali *et al.*, 2012).

5.2.2. Métodos Químicos

El principal método de extracción químico de aceites vegetales es el uso de solventes derivados del petróleo, como el hexano, el cual presenta la ventaja de poseer un porcentaje de extracción de 45 a 47 %, siendo superior entre los solventes orgánicos derivados del petróleo (Hermógenes *et al.*, 2010; Nolasco-Guzmán, 2015).

Según Grasso (2013), este método se utiliza generalmente para procesar semillas oleaginosas con un contenido bajo en aceite (< 20 % en base seca), y se basa en la técnica de determinación de grasa total de la AOAC (método 2003.06), para lo cual se debe moler la semilla a tamaño de partícula menor a 1 mm, a fin de favorecer una mayor superficie de contacto entre el solvente y los sólidos. El compuesto de interés será arrastrado a reflujo sucesivo por el solvente, el cual posteriormente tendrá que separarse de la corriente de aceite, lo que aumenta los costos de producción (Martínez, 2010; Monteza-Almeyda & Samamé-Barboza, 2016).

5.2.3. Implicaciones ambientales y toxicológicas

La extracción de aceites vegetales por métodos físicos tiene, además de las ya expuestas, la bondad de ser una tecnología amigable con el medio ambiente, al no generar residuos altamente contaminantes, aunque sus desventajas radican en menores rendimientos y la obtención de productos más puros y, por lo mismo, menos estables químicamente en el tiempo, aunque su composición intacta preserva su actividad biológica benéfica en el organismo (Monroy-López, 2007; González-Pérez, 2008; Ali *et al.*, 2012).

Las tecnologías de extracción por métodos químicos, como el uso de solventes derivados del petróleo, como el hexano, tienen ventajas tecnológicas funcionales de los aceites, como lo es la retención de agua y la estabilidad de las emulsiones, así como mayores rendimientos en cuanto al volumen extraído; sin embargo, provoca pérdidas ligeras de antioxidantes, además de que muchos de los residuos del proceso presentes en el producto final son difíciles de eliminar, han sido catalogados con actividad carcinogénica y sus emisiones al medio ambiente son un efluente importante de contaminantes, por lo que incluso se ha recomendado no utilizar esta tecnología para la producción de aceites de consumo humano (Ali *et al.*, 2012; Grasso, 2013; Cefla-Miranda, 2015).

5.3. Refinación de aceites comestibles

El aceite crudo obtenido a partir de extracción por solventes contiene cantidades variables y relativamente reducidas de impurezas que no son glicéridos. Algunas de las impurezas afectan la calidad del aceite para su uso comestible y por lo tanto es necesario eliminarlas (Cefla-Miranda, 2015). Las impurezas son de dos tipos generales (Grasso, 2013):

Impurezas insolubles: consisten en fragmentos de semillas, excedente de humedad y una fracción cerosa que hace que el aceite refrigerado se vea turbio.

Impurezas solubles en aceite: son más difíciles de extraer. Incluyen ácidos grasos libres, fosfátidos, sustancias gomosas o mucilaginosas, cuerpos pigmentados, fracciones de proteínas, tocoferoles, esteroides, carbohidratos, cetonas y aldehídos. Estas impurezas pueden estar en una solución real o en suspensión coloidal. Algunas se encuentran en cantidades mínimas.

El propósito de las diferentes operaciones de procesos de refinación es de eliminar estas impurezas indeseables hasta el grado deseado con el menor efecto perjudicial sobre la calidad final del aceite y pérdidas mínimas de producto (Tabio-García *et al.*, 2017).

Según Blanco-Rodríguez (2007), existen dos métodos de refinación de aceites: refinación química y refinación física. En la primera de ellas, prácticamente todos los ácidos grasos, junto con otras impurezas, son eliminados durante la etapa de neutralización mediante una disolución alcalina (saponificación). Por su parte, la refinación física se caracteriza por la ausencia de tal etapa, por lo que los ácidos grasos libres son eliminados mediante un proceso de destilación. Por ello, la refinación física sólo requiere de tres etapas, mientras que la refinación química convencional puede necesitar más de seis, con continuas separaciones de fases que nunca se realizan con el 100 % de eficacia.

5.3.1. Refinación física

La refinación física comprende: desgomado, decoloración (o blanqueo) y desodorización/desacidificación (Blanco-Rodríguez, 2007). Grasso (2013) los describe como sigue:

Desgomado: remueve los fosfolípidos y gomas mucilaginosas. La hidratación hace que la mayoría de los fosfátidos y gomas se vuelvan insolubles en el aceite por formación de geles que se aglomeran formando flóculos. Industrialmente, el aceite se precalienta a 80 °C, se agrega agua y se agita la mezcla durante 10 a 15 minutos en un tanque de retención y luego se centrifuga para eliminar la fase pesada que contiene las gomas y fosfolípidos hidratados.

Decoloración o blanqueado: Industrialmente, se lleva a cabo mezclando el aceite con un agente adsorbente a 110 °C, aproximadamente. Luego se rocía la mezcla en una torre de blanqueo que opera a vacío y, por último, el aceite se filtra para eliminar la tierra adsorbente que retiene las impurezas.

Desodorización: en esta última etapa se elimina fundamentalmente sustancias volátiles y convierte al aceite en un líquido brillante, transparente y de sabor suave. Los materiales eliminados incluyen ácidos grasos libres; diversos compuestos de sabor y olor clasificados en su mayoría como aldehídos, cetonas, alcoholes e hidrocarburos y otros compuestos formados por descomposición térmica de peróxidos y pigmentos.

5.3.2. Refinación química

La refinación química comparte las tres operaciones de refinación física, mas una, que es posterior al desgomado y anterior a la decoloración o blanqueo: la **neutralización**.

Según Blanco-Rodríguez (2007), esta operación consiste en la eliminación de los ácidos grasos libres mediante su neutralización con un medio alcalino, generalmente NaOH. Además, incluye una operación de lavados sucesivos con agua caliente para eliminar las

sales de ácidos orgánicos (jabones) formadas, también son eliminados los fosfátidos no arrastrados anteriormente, metales, una parte de los pigmentos, entre otros residuos.

5.3.3. Ventajas y desventajas de los métodos de refinación

Según Blanco-Rodríguez (2007) y Grasso (2013), la refinación física ofrece importantes ventajas con respecto a la refinación química, tales como:

- Mayor rendimiento del proceso (debido a la disminución de pérdidas en el proceso general de obtención).
- Recuperación de ácidos grasos libres de gran calidad como subproductos.
- Reducción del uso de compuestos químicos, con su correspondiente ahorro económico y energético.
- Reducción en el consumo de agua durante el proceso.
- Una notable reducción en el impacto ambiental, ya que, además de la no utilización de compuestos químicos, reduce la polución debida a las aguas jabonosas consecuentes de la neutralización y la no emisión de gases nocivos a la atmósfera.

Sin embargo, el mismo autor menciona que, a pesar de las numerosas ventajas que posee la refinación física, no siempre puede ser aplicable a cualquier tipo de aceite, y que la elección final del método de refinación dependerá principalmente de dos factores: la calidad del aceite a refinar y la acidez del mismo. Por lo que en ocasiones es inevitable el uso de la refinación química, con las desventajas que ello representa, las cuales se han descrito en apartados anteriores.

5.4. Fuentes alternativas no convencionales de aceites comestibles

Para los países no desarrollados o en desarrollo, como México, la problemática de la importación de oleaginosas para satisfacer su demanda interna no pasa desapercibida.

Varios han sido los esfuerzos que se han estado desarrollando para intentar dar solución a dicha problemática en cuanto a la exploración de fuentes no convencionales de aceites vegetales comestibles que posean iguales o mejores características que ampliamente explotados alrededor del mundo.

Por ejemplo, se han evaluado los aceites obtenidos de las semillas de linaza, uva, de piñón (Navas-Hernández, 2010) y aguacate (Jiménez *et al.*, 2001). Las especies promisorias como el inchi o cacay (*Caryodendron orinocense*), el seje (*Oenocarpus bataua*), la tamaca (*Acrocomia acuelata*) e importantes nueces como el marañón (*Anacardium excelsum*), el camajón (*Sterculia apetala*), el castaño (*Pachira aquatica*) y otras, están destinadas a resolver el problema de los aceites comestibles en el trópico (Vega-Turizo, 2004).

Varias especies de calabaza también han sido estudiadas, como las reportadas por Oloyede *et al.*, 2012; Al-Okbi *et al.*, 2014; Nederal, *et al.*, 2014; Petkova & Ankova, 2015; Seymen *et al.*, 2016 y Shaban & Sahu, 2017 en diversos países de África y Europa del este.

En Norteamérica no ha sido excepción la búsqueda de fuentes alternativas no convencionales, y una de las especies exploradas desde hace tiempo como fuente no convencional de aceite vegetal ha sido la calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima* HBK) con fines de consumo humano y otros usos (Wood & Jones, 1943; Vasconcellos *et al.*, 1980; Vasconcellos & Berry, 1982; Khoury *et al.*, 1982; Stevenson *et al.*, 2007).

5.5. Calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima* HBK)

5.5.1. Generalidades

Lira-Saade (2001) describe a la calabacilla loca (Fig. 3) como una planta herbácea, esencialmente rastrera, perenne, por lo general despidiendo un fuerte olor; raíces principales engrosadas, tuberosas, fusiformes, napiformes o claviformes, frecuentemente alcanzando grandes dimensiones (hasta 2 m de profundidad y 25 cm de diámetro); tallos más o menos rollizos a ligeramente anguloso-sulcados al secar, densamente escabroso-pubescente-aculeolados, enraizando en los nudos pero nunca formando raíces tuberosas; pecíolos robustos, de 4.5 a 14 cm de largo, escabroso-pubescente-aculeolados, láminas foliares usualmente triangulares o triangular-sagitadas, de 12 a 26 cm de largo y 7 a 20 cm de ancho en la base, enteras a muy ligeramente angulosas o lobadas cerca de la base, rara vez 3 a 5- 21 anguloso-lobadas y con un lóbulo central bien definido, ápice obtuso a agudo, mucronado, base usualmente truncada o muy anchamente cordada, bordes casi enteros a denticulados o irregularmente dentados, rígido-coriáceas, verde-grisáceo-canescientes, ambas superficies escabroso-pubescente-aculeoladas, principalmente sobre las venas, el envés con las venas más resaltadas y el indumento más denso, zarcillos robustos, cortos, con 3 a 5 ramificaciones, angulosos, densamente pubescentes; flores estaminadas solitarias, pedicelos robustos, usualmente más cortos que el pecíolo de la hoja adyacente, de 2 a 6 cm de largo, escabroso-pubescente-aculeolados, perianto 5-mero, receptáculo campanulado, de 15 a 20 mm de largo y 14 a 23 mm de ancho, densamente escabroso-pubescente-aculeolado a tomentoso-aculeolado, sépalos triangular-lanceolados, de 6 a 15 mm de largo y 1 a 3 mm de ancho, densamente pubescentes, corola amarillo-anaranjado-verdosa, 5-dividida hasta más o menos la mitad de su longitud total, de 6.5 a 10 cm de largo, pubescente a

fuertemente escabroso-pubescente-aculeolada sobre las venas, la porción tubular angostándose ligeramente hacia la base, lóbulos obtusos a agudos, cortamente mucronados, bordes ligeramente ondulado-crenulados, involutos hacia el ápice, filamentos de 6 a 19 mm de largo, cortamente pubescentes o puberulentos, ligeramente ensanchados hacia la base, columna de las anteras de 17 a 33 mm de largo y 4 a 7 mm de ancho; flores pistiladas solitarias, ubicadas en axilas diferentes de las propias de las estaminadas, pedicelos angulosos, de 1.5 a 2.3 cm de largo, densamente escabroso-pubescente-aculeolados, ovario globoso a ovoide, densamente pubescente, glabrescente con la edad, columna de los estilos robusta, de 10 a 15 mm de largo, puberulenta hacia la base, estigmas bilobados; fruto globoso a oblato, rara vez ligeramente ovoide, de 6 a 8 cm de largo y casi otro tanto de ancho, verde claro opaco, con franjas longitudinales y pequeñas manchas o franjas más cortas irregulares de color crema o blanco-verdoso, epicarpo liso, engrosado, rígido, mesocarpo fibroso, blanco, de sabor muy amargo, pedúnculo rígido, anguloso, sulcado, de 2.5 a 3 cm de largo, ensanchándose en la unión con el fruto, escabroso-pubescente-aculeolado, glabrescente con la edad; semillas numerosas, ovado-elípticas, de 9 a 12 mm de largo y 6 a 7 mm de ancho, ligeramente comprimidas, blancas o de color crema muy pálido, bordes no diferenciados, ápice obtuso. Florece y fructifica de mayo a diciembre.

Granados-Sánchez y López-Ríos (1999) refieren que la calabacilla loca se ha asociado con los grupos recolectores- cazadores del norte de México desde antes de la llegada de los españoles, probablemente más que una planta silvestre es una planta que se desarrolló en sitios perturbados por el hombre. Sus semillas eran usadas como alimento, tostadas de diferentes formas, su aceite se usó como cosmético; el fruto verde maduro como detergente, lo mismo que las raíces y éstas últimas además con fines medicinales

por su contenido de ciertas saponinas bioactivas (Gaidi, *et al.* 2000, Royo-Márquez, Mellgoza-Castillo y Sierra-Tristán, 2003; Stevenson, *et al.* 2007; Lira-Saade, Eguiarte-Frums y Montes-Hernández, 2009; Man, *et al.* 2010; Schauss, 2010).



Figura 3. Planta de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) (Melaragno, 2011)

5.5.2. Clasificación taxonómica

Monrroy (2007), refiere la siguiente clasificación taxonómica para la calabacilla loca (Tabla 2):

Tabla 2. Clasificación taxonómica para la calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK)

Clase	<i>Angiosperma</i>
Subclase	<i>Dicotiledonea</i>
Orden	<i>Cucurbitales</i>
Familia	<i>Cucurbitaceae</i>
Tribu	<i>Cucurbitaneae</i>
Género	<i>Cucurbita</i>
Especie	<i>foetidissima</i>

5.5.3. Distribución en México

La calabaza silvestre xerofítica, *Cucurbita foetidissima* HBK, conocida en México como “calabacilla loca” y en E.U.A. como “calabaza búfalo”, se desarrolla en las regiones

semiáridas del desierto chihuahuense y sonoreense, al norte de México (Berry, Scheerens & Bemis, 1978; Granados-Sánchez y López-Ríos, 1999).

Lira-Saade (2001) menciona que esta planta crece en zonas de matorral xerófilo y pastizales, muy frecuentemente como ruderal y algunas veces como arvense. Se distribuye en México en los estados de Baja California, Sonora, Chihuahua, Coahuila, Nuevo León, Tamaulipas, Durango, Zacatecas, Aguascalientes, San Luis Potosí, Guanajuato, Querétaro, Hidalgo, Jalisco y el Estado de México, extendiéndose incluso a estados del Istmo, como Oaxaca y Chiapas (Lira-Saade, Eguiarte-Frums y Montes-Hernández, 2009). Royo-Márquez, Mellgoza-Castillo y Sierra-Tristán (2003) mencionan que crece en pastizales medianos, en matorrales, en sitios inundables y en la orilla de los caminos. Crece en suelos gravosos de textura media a gruesa, con preferencia por los sitios semi-sombreados.

5.5.4. Composición química

Según Granados-Sánchez y López-Ríos (1999), contiene gran cantidad de aceite vegetal y proteínas en las semillas; en las raíces tiene en su parénquima de reserva abundante almidón. Wood y Jones (1943) reportaron un contenido de 29.7 % de aceite en las semillas, mientras que Dreher y Berry (1983) reportan hasta un 38 % de aceite y un 30 % de proteína; así mismo, Curtis, Scheerens & Berry (1986) refieren un contenido de entre 52-64 % de almidón en las raíces, y un contenido de aceite y proteína en las semillas del 24-36 % y 30-35 %, respectivamente.

Por otra parte, Lira-Saade (2001) y Lira-Saade, *et al.*, (2009) comentan que en sus semillas puede poseer hasta un 30.4 % de aceite y 35.4 % de proteína, y en sus raíces

hasta 52 % de almidones. Por último, Stevenson, *et al.* (2007) refieren un contenido de entre 28 y 36 % de aceite para las semillas de calabacilla loca.

La calabacilla loca (*C. foetidissima* H.B.K.), ha mostrado ser un recurso genético potencial susceptible de cultivarse, para la producción de aceite comestible, proteínas y carbohidratos en la elaboración de varios alimentos (Royo-Márquez, Mellgoza-Castillo y Sierra-Tristán, 2003), e inclusive se ha considerado en algunos países como fuente de aceite para producción de biocombustibles (Amigun & Musango, 2011).

5.6. Conceptos básicos de reología

Los fluidos, como los aceites comestibles, constituyen la mayor parte de los alimentos que ingiere el hombre; cuando un alimento se procesa, el mismo está sujeto a un movimiento constante. En la práctica es muy difícil pensar en un producto que no requiera movilización, por lo que resultan ser varias las razones para determinar las propiedades reológicas de los alimentos (diseño de plantas, cálculos de requerimientos de bombeo, establecer dimensiones de tuberías y válvulas, uso en cálculos de transferencia de calor, masa y cantidad de movimiento, o aplicaciones en control de calidad en proceso). Los análisis reológicos también permiten elucidar la microestructura de los alimentos y los cambios que pueden experimentar durante el proceso (Ramírez-Navas, 2006). Los aceites que se utilizan como ingrediente y en muchos de los procesos de transformación de alimentos, no son la excepción.

5.6.1. Viscosidad

Masoliver i Marcos *et al.* (2017) definen la viscosidad como la relación entre el esfuerzo cortante aplicado y el gradiente de velocidad; lo cual depende de varios factores, tales como la temperatura, presión, el nivel de cohesión de las partículas en el fluido, entre

otros. Ramírez-Navas (2006), la define como una medida de la resistencia a la deformación del fluido.

Dependiendo del comportamiento de la viscosidad en función de la deformación, los fluidos se pueden clasificar en newtonianos y no newtonianos.

5.6.2. Fluidos newtonianos y no newtonianos

Según Masooliver i Marcos *et al.* (2017), se distingue entre fluidos newtonianos y no newtonianos en base a la linealidad de la relación entre el gradiente de velocidad y el esfuerzo aplicado. Los fluidos newtonianos se ajustan a la siguiente ecuación:

$$\tau = \mu \frac{dv}{dz}$$

Donde:

τ : esfuerzo cortante

μ : viscosidad

$\frac{dv}{dz}$: el gradiente de velocidad que se crea paralelo a las superficies de contacto.

De acuerdo a White (2008), los fluidos newtonianos presentan una viscosidad constante y, por tanto, la relación entre el esfuerzo cortante y gradiente de velocidad es lineal; mientras que, en los no newtonianos, la viscosidad no es constante y varía en función de la velocidad de cortante aplicada.

La mayoría de los aceites comestibles de origen vegetal se ajustan a un comportamiento newtoniano (Ramírez-Navas, 2006).

5.7. Conceptos básicos de análisis de espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR).

La espectroscopía infrarroja es una técnica empleada principalmente en la elucidación de estructuras moleculares. Esta técnica se basa en las distintas absorciones de radiación infrarroja que manifiestan los diferentes grupos funcionales presentes en una molécula (Silverstein *et al.*, 1995). La región infrarroja del espectro incluye la radiación con número de onda comprendidas entre 12800 y 10 cm^{-1} lo que corresponde a longitudes de onda de 0.78 a 1000 μm , divididas en tres regiones denominadas infrarrojo cercano, medio y lejano. De las tres zonas del espectro infrarrojo, la región comprendida entre 4000 a 400 cm^{-1} (de 2.5 a 25 μm) es la utilizada en química orgánica para el estudio estructural de las moléculas (Lopes *et al.*, 2004).

En general, el espectro infrarrojo medio de un compuesto orgánico proporciona un espectro único, con características que lo distinguen fácilmente del resto de los compuestos, sólo los isómeros ópticos absorben exactamente de la misma forma (Hernández & Zarcconi, 2009).

VI. MATERIALES Y MÉTODOS

6.1. Recolección del material biológico

La recolección del material biológico se realizó de forma manual: se recolectaron frutos maduros a granel tomados directamente de las plantas encontradas creciendo en forma silvestre y se trasladaron al laboratorio para la extracción de las semillas.

6.1.1. Sitio de recolección

El sitio de recolección se localizó entre los municipios de Saltillo y Arteaga, Coahuila (Fig. 4), en las coordenadas: 25° 14' 2.313" N, 101° 0' 27.753" O, y 25° 13' 45.716" N, 100° 49' 25.324" O, sobre la carretera federal libre 57 Saltillo – Matehuala.



Figura 4. Lugar de recolección de material biológico.

6.1.2. Selección de frutos

Los frutos se tomaron de plantas vivas y muertas, completamente al azar, cuidando que estuvieran íntegros y de color amarillo (frutos maduros) (Fig. 5).



Figura 5. Frutos maduros de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) (fotografía tomada en campo).

6.1.3. Extracción de las semillas

A fin de extraer el material de interés, los frutos de calabacilla loca se partieron por la mitad y se utilizó una cuchara de acero inoxidable para la extracción de las semillas, descartando la pulpa y cáscara.

6.1.4. Selección por densidad

Una vez obtenidas las semillas, se sometieron a un remojo en agua limpia del grifo (20 ± 1 °C). Las semillas que flotaron fueron desechadas, y las semillas que precipitaron se sometieron a tres lavados igualmente con agua del grifo en las mismas condiciones, a fin de eliminar el mucílago junto con los componentes adheridos a este.

6.1.5. Secado

Las semillas seleccionadas se sometieron a un secado por convección natural a la sombra a temperatura ambiente (25 ± 1 °C) sobre una tela de algodón (Fig. 6). Una vez secas, se guardaron en una bolsa plástica de cierre hermético para su posterior procesamiento.



Figura 6. Semillas de calabacilla (*C. foetidissima* HBK) secadas a convección natural.

6.1.6. Determinación de la densidad

La densidad volumétrica de las semillas se determinó a caída libre en un vaso graduado, utilizando una balanza granataria digital Escali® P115c (Burnsville, MN, USA).

6.1.7. Reducción de partícula

Las semillas se sometieron a molienda en tres ocasiones con cuchillas en una licuadora Oster® Profesional BPST02-B00 (Sunbean Mexicana, SA de CV, México, D.F.) por 30 segundos en condiciones de temperatura ambiente, hasta obtener un tamaño de partícula uniforme.

6.1.8. Tamizado

A fin de estandarizar el tamaño de partícula y de eliminar la mayor cantidad de cascarilla (fibra) posible, el material de la etapa de molienda se tamizó en malla No. 30.

6.1.9. Lavado

Se siguió la metodología reportada por Calvo-Grajales (2003) con la finalidad de eliminar cloruros presentes en la materia prima.

Se procedió a realizar lavados del material molido y tamizado con agua destilada a temperatura ambiente, permitiendo en cada ocasión la precipitación del material y posterior eliminación del sobrenadante. Los lavados se realizaron hasta obtener un pH cercano al neutro ($\text{pH } 7 \pm 0.5$), lo cual es indicador de ausencia de cloruros. El pH se monitoreó con un potenciómetro portátil Hanna[®] (Hanna Instruments, Inc., Woonsocket, RI, USA).

6.1.10. Secado

El material lavado se extendió en charolas de papel de aluminio y se secaron en una estufa de convección forzada Novatech[®] (Avante Tecnologia, SA de CV, Tlaquepaque, Jalisco, Méx.) a 60 ± 1 °C durante 24 h.

El material seco se guardó en bolsas plásticas de cierre hermético para análisis posteriores.

6.2. Análisis proximal

6.2.1. Humedad y materia seca total

Estas variables se midieron de acuerdo al método de la AOAC 925.45 (2005): se colocaron 3 crisoles en estufa hasta lograr un peso constante, posteriormente se colocó 1 g de muestra en cada crisol, pesado en balanza analítica, y se llevó a secado en estufa Novatech[®] a 105 °C durante 24 h. Transcurrido el tiempo se pesaron las muestras en balanza analítica y el % de humedad y de materia seca total se obtuvo por diferencia de peso.

6.2.2. Proteína

El contenido de proteína se determinó empleando la técnica de la AOAC 968.05 (2005): se pesaron 0.05 g de muestra y se introdujo cada una en matraz para micro-Kjeldahl. Se agregaron 4 mL de mezcla digestora. Se corrió también un blanco, consistente en 4 mL de mezcla digestora. Se colocaron en una parrilla para digestión Labconco® para iniciar la digestión por un periodo de 4 a 5 h, hasta obtener un color verde cristalino en la mezcla.

La muestra digerida se pasó a un destilador micro-kjeldahl Labconco®. En primer lugar, se corrió un blanco. Se añadieron al sistema 40 mL de NaOH para que se llevara a cabo la reacción y se recuperó el destilado en un vaso de precipitado que previamente se preparó con 30 mL de ácido bórico al 4%, adicionando unas gotas de indicador mixto para proteínas. El proceso terminó al momento que se consiguió un volumen de destilado de 30 mL.

El destilado obtenido se tituló con ácido sulfúrico 0.033 N hasta lograr el cambio de color en la solución y se capturó el dato de mL gastados para realizar el cálculo correspondiente a la cuantificación de proteínas. Se utilizó factor de conversión 6.25.

6.2.3. Extracto etéreo

Para esta determinación se empleó el método de la AOAC 920.39 (2005): se sometieron 3 matraces bola a peso constante durante 24 h a 150 °C agregando 6 perlas de vidrio a cada uno para facilitar el control de la ebullición, posteriormente se pesó 1 g de la muestra por repetición y se envolvió en papel filtro de poro cerrado, posteriormente se introdujo el cartucho en el sifón del equipo soxhlet.

Se agregaron 300 mL de éter etílico anhidro ACS a cada matraz bola y se colocó el sistema sobre una mantilla de calentamiento para iniciar el proceso de lavado durante 6 h a 60 °C.

Al término de este tiempo se recuperó el éter por medio del sifón hasta obtener por completo el reactivo. Los matraces se sometieron nuevamente a peso constante en estufa a 150 °C por 24 h y el contenido de grasa de la muestra se obtuvo por diferencia de peso.

6.2.4. Fibra total

Se llevó a cabo el análisis de fibra cruda, con la técnica de bolsa de filtro, extraído de la AOCS (American Oil Chemists' Society), procedimiento aprobado BA 6^a-05.

Preparación de reactivos: Se preparó solución de ácido sulfúrico 0.255 N y solución de hidróxido de sodio 0.313 N.

Preparación de la muestra: Se realizó de acuerdo al apartado 6.2.3 de este documento.

Procedimiento de fibra cruda: se colocó 1 g de muestra preparada en cada una de las 3 bolsas, se sellaron las bolsas con sellador de calor para encapsular la muestra dentro de la bolsa. Las bolsas con muestra se colocaron en un equipo Bag Suspend[®]. Se agregó la solución de ácido sulfúrico para posterior agitación en el equipo durante 40 min con la tapa del equipo cerrada al vacío, transcurrido el tiempo se desechó el ácido y después se realizaron 2 lavados con agua destilada caliente (80 ± 3 °C) durante 5 min, posteriormente se agregó la solución de hidróxido de sodio y se sometió a agitación durante 40 min con la tapa cerrada al vacío. Se llevó a cabo un segundo lavado con agua destilada caliente hasta la neutralidad (pH 7 ± 0.2), posteriormente con éter etílico para eliminar el exceso de agua. Las bolsas se secaron en estufa Novatech[®] por 4 h a 60 °C,

posteriormente se incineraron dentro de crisoles, puestos previamente a peso constante, en mufla Vulcan® a 600 °C. La cantidad de fibra se determinó por diferencia de peso entre la muestra original y el peso de las cenizas.

6.2.5. Cenizas

El contenido de cenizas se determinó empleando la metodología de la AOAC 923.03 (2005): se colocaron los crisoles a peso constante en una estufa a 150 °C durante 24 h, posteriormente se enfriaron en un desecador por 30 min para pesarlos en balanza analítica. Se pesaron 3 g de muestra a cada crisol para calcinar con mechero hasta quemar la materia orgánica.

Posteriormente, los crisoles se pasaron a mufla Vulcan® modelo 3-550 (Dentsply International, Inc., PA, USA) a 500 °C durante 2 h hasta dejar solo las cenizas, y en seguida se enfriaron en desecador durante 30 min. Mediante diferencia de pesos se obtuvo el porcentaje de cenizas presente.

6.3. Extracción y estudio del aceite crudo (ASCL crudo)

6.3.1. Extracción del ASCL crudo

La extracción del ASCL se realizó por triplicado, en extractores soxhlet, de acuerdo a la metodología descrita por Calvo-Grajales (2003). Se colocaron 20 g de material crudo en cartuchos de papel filtro de poro cerrado, los cuales fueron colocados su vez en la recámara de los sifones. Se agregaron 300 mL de éter de petróleo anhidro, grado reactivo, en los matraces bola y se llevó a cabo la extracción a reflujo durante 30 min a 60 °C.

6.3.2. Determinación de color

Las mediciones se realizaron al ASCL crudo utilizando un colorímetro triestímulo Minolta® modelo CR300 (Konica Minolta Holding, Inc., Tokyo, Japón), con base al sistema de color CIE L a*b*, (Hunter, 1958) previamente calibrado según el fabricante, a 3 repeticiones. En el anexo 1 se explica este sistema.

6.3.3. Determinación del perfil de ácidos grasos

Se realizó la esterificación de los ácidos grasos de acuerdo a la metodología de Haas *et al.* (2003) con modificaciones: se agregaron 200 µL de ASCL crudo a un tubo de ensaye con rosca seco, previamente acondicionado con solvente (hexano); posteriormente se añadieron 100 µL de solución de HCl 0.2N y metanol (50:50), en seguida se agitaron por 10 s, seguido de calentamiento en un equipo CHARM PROCESS® a 60 ± 1 °C por 4 h, cerrándolos con un tapón de plástico, procurando no apretarlo.

Una vez concluido el tiempo de reacción, los tubos se atemperaron a 25 ± 1 °C, se agregaron 2 mL de hexano grado reactivo A.C.S. y se agitaron por 15 s; enseguida se agregaron 200 µL de agua destilada y se volvió a someter a agitación por 15 s. Los tubos se dejaron reposar a fin de que se separaran las fases, manteniendo la temperatura a 25 ± 1 °C.

Se transfirió el 50% del volumen de la fase superior a un vial de vidrio seco, acondicionado previamente con solvente; se agregaron 0.1 g de tiosulfato de sodio anhidro y se agitó por 15 s, los tubos se dejaron reposar para dejar precipitar los cristales de la citada sal a fin de que pudieran absorber la humedad residual en la muestra y evitar interferencia en el cromatógrafo de gases.

Para determinar el perfil de ácidos grasos presentes, se inyectó de forma manual 1 μL de muestra esterificada diluida (1:10 en hexano A.C.S) en un cromatógrafo de gases Varian® con detector FID a 260 °C, utilizando una columna capilar SUPELCO® SP-2560 de 100m X 0.25mm X 0.2 μm y una rampa de calentamiento de 140 hasta 240 °C con incremento de 4 °C/min por 25 min. El tiempo de análisis fue de 35 min. Se utilizó hidrógeno como gas acarreador. La identificación y cuantificación de los ácidos grasos se realizó comparando las características cromatográficas del pico desconocido con una mezcla externa de ácidos grasos certificada SIGMA-ALDRICH® FAME Mix C8–C24.

6.3.4. Análisis de espectro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

La caracterización del aceite por FTIR se realizó con un espectrofotómetro de infrarrojo Spectrum Two (Perkin Elmer Inc., Waltham, Massachusetts, EUA) equipado con un módulo universal ATR (Reflectancia total atenuada, attenuated total reflectance) con cristal diamante. Se colocó muestra suficiente en el detector, Las frecuencias de transición vibracional se reportaron en números de onda (cm^{-1}) dentro del infrarrojo medio. Se registró un promedio de 30 barridos con una resolución de 4 cm^{-1} en la región de 450 a 4000 cm^{-1} . Antes de cada lectura experimental, se realizó un escaneo de fondo (sin muestra) bajo las mismas condiciones experimentales que se analizó la muestra. El análisis se realizó a temperatura ambiente (25 ± 2 °C).

6.3.5. Perfil reológico

Para esta determinación, se empleó el método descrito por Besbes *et al.* (2004) con modificaciones. Se utilizó un reómetro de esfuerzo controlado AR1500ex (TA Instruments, New Castle, U.S.A.) con geometría de cono de acero inoxidable de 20 mm y ángulo de 4°. El GAP se ajustó a 90 μm , se colocaron 200 μL de aceite crudo en la

placa Peltier y, posteriormente, la muestra se sometió a una tasa de corte constante de 100 s^{-1} por 300 s a temperatura ambiente ($25 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$). El análisis se realizó por triplicado.

6.4. Refinación del ASCL crudo

La refinación del aceite crudo de semillas de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK) se llevó a cabo de acuerdo a la metodología reportada por Cavo-Grajales (2003), con algunas modificaciones.

6.4.1. Proceso de desgomado y neutralización

Para la primera etapa de la refinación: en 2 matraces erlenmeyer de 500 mL se colocaron 250 mL de NaOH al 3 %, a cada matraz se agregaron 12.5 g de aceite crudo, seguido de un calentamiento a reflujo durante 30 min, posteriormente se realizó un decantado para retirar los jabones formados (ácidos grasos libres saponificados). La fase de aceite se recuperó en embudo de separación. El aceite se lavó en 5 ocasiones con 150 mL de agua destilada a $75 \text{ }^\circ\text{C}$. La micela se filtró a través de papel filtro de poro cerrado adicionando 25 g de sulfato de sodio anhidro, con la finalidad de eliminar toda el agua. Finalmente se destiló la micela para obtener la fase oleosa pura.

6.4.2. Proceso de decoloración y desodorización

Para la segunda parte del proceso de refinación se siguieron los siguientes pasos:

Para la segunda parte del proceso de refinación: en el matraz utilizado para la destilación de la micela, se agregó 7 % p/p de carbón activado. Se colocó la mezcla en una mantilla de calentamiento y se sometió a tratamiento térmico de $85 \text{ }^\circ\text{C}$ por 30 min, agitando manualmente con una varilla de vidrio. Se filtró en embudo de vidrio y papel filtro de poro

cerrado. La muestra se guardó a temperatura ambiente (25 ± 5 °C) en frasco ámbar para posteriores análisis.

6.4.3. Análisis instrumental del aceite refinado (ASCL refinado)

Con la finalidad de determinar el efecto de la refinación del aceite en su composición química y propiedades tecnológicas, se realizó una batería de ensayos por triplicado correspondientes a las metodologías descritas en los apartados 2.3.2 al 2.3.5.

6.5. Análisis estadístico

El experimento se realizó en un diseño completamente al azar, las determinaciones se realizaron por triplicado, y los resultados se analizaron utilizando ANOVA y prueba de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher con nivel de confianza de 95 % en el software Statgraphics X64 de Aphelion®.

VII. RESULTADOS Y DISCUSIONES

7.1. Recolección del material biológico

Se recolectó un total de 450 g de semillas secas útiles para procesar. La densidad calculada para dicho material fue $430 \pm 0.6 \text{ g/dm}^3$. Este resultado es congruente con el obtenido por Calvo-Grajales (2003).

7.2. Análisis proximal

El análisis proximal de las semillas molidas, lavadas, tamizadas y secas reveló una composición predominantemente oleosa y protéica, como se muestra en la tabla 3.

Tabla 3. Composición proximal de las semillas molidas, tamizadas, lavadas y secas de calabacilla loca (*C. foetidissima* HBK).

Componente	%*
Humedad	7.28 ± 0.89
Extracto etéreo (grasa)	30.44 ± 0.31
Proteína cruda	27.74 ± 0.27
Fibra cruda	32.66 ± 0.86
Cenizas totales	1.88 ± 0.16

*Se muestran promedios \pm desviación estándar.

En la tabla 3 se observa el compuesto de interés, el ASCL crudo, que presentó un contenido similar a lo reportado por Stevenson, et al. (2007) y Lira-Saade et al. (2009) para la misma especie. Sin embargo, los porcentajes obtenidos son menores a lo reportado por Monrroy-López (2007) y González-Pérez (2008) que 32.5 y 34.48 %, respectivamente. Calvo-Grajales (2003) reportó hasta un 40 % más ASCL crudo a lo

obtenido en el presente estudio, para semillas de la misma especie. En comparación con el contenido de grasa en semillas de otras calabazas, como *Cucurbita pepo* Linn. (Oloyede *et al.*, 2012; Seymen *et al.*, 2016), las semillas de calabacilla loca presentaron un contenido menor (30 Vs. 59 %), pero mayor al contenido reportado para las semillas de otras especies de calabaza (Stevenson *et al.*, 2007). Otros estudios revelaron una composición similar en semillas de *Cucurbita máxima* (Rezig *et al.*, 2012). Oloyede *et al.* (2012) mencionaron que el contenido de aceite en las semillas puede variar de una estación a otra, del tipo de suelo, las condiciones climáticas y los nutrientes disponibles para la planta, lo que podría explicar las diferencias en el contenido de aceite en las semillas de la misma especie. Además, Calvo-Grajales (2003) también encontró que el método y condiciones de extracción tiene marcada influencia en la cantidad de aceite obtenida de una misma materia prima.

7.3. Obtención de aceite crudo, refinación y análisis instrumental

Una vez que se caracterizó la materia prima en cuanto a su composición química proximal, se procedió a la obtención del aceite crudo a partir de la materia prima restante y su caracterización a través de los estudios que se enlistan a continuación.

7.3.1. Determinación de color

Como se observa en la Figura 7, los valores de la determinación de color indicaron que para la variable de color L* es 10% mayor, en aceite refinado, en comparación con el aceite crudo, lo cual fue un posible resultado de la eliminación de pigmentos durante las fases de blanqueamiento y desodorización. Besbes *et al.* (2005) reportaron que los incrementos en los valores de L*, durante el refinado de aceite, se pueden deber a la pérdida de pigmentos durante las fases de blanqueamiento. Tsaknis *et al.* (1997)

reportaron valores menores en L*, para aceites extraídos de semillas de calabaza de diferente especie, en la variable a* reportaron dígitos negativos, lo cual es indicativo de color verde más intenso. El valor de la variable a* no presentó diferencias significativas ($p \leq 0.05$) después del proceso de refinado, a diferencia de la variable b* que disminuyó hasta un 39 % durante el proceso de refinado, indicando un color verdoso claro, pues en el espacio de color Lab la combinación de los valores de b* positivos cercanos al 0 y valores de a* negativos cercanos al cero es un indicador de color verde claro. Choe & Min (2006) indicaron que la presencia de color verde en aceites se puede originar por la presencia de clorofilas residuales, dependiendo de la fuente botánica de origen. Lo anterior permitió conjeturar que el proceso de refinación tuvo un impacto positivo en el parámetro “color”, pues se obtuvo un aceite ópticamente más limpio.

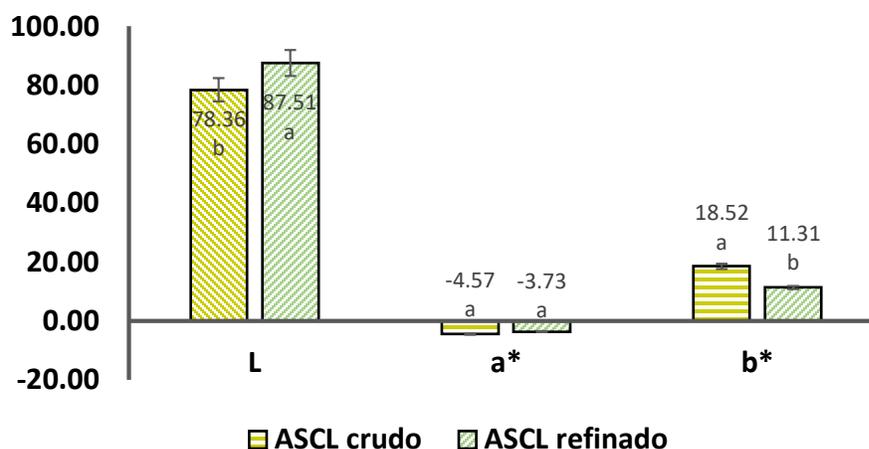


Figura 7. Valores de color (L a* b*) en ASCL crudo y refinado (promedio de tres mediciones \pm la desviación estándar. Letra diferente en color igual indica diferencia significativa de acuerdo a la prueba LSD de Fisher ($p \leq 0.05$)).

7.3.2. Perfil de ácidos grasos

En los anexos 2a y 2b se muestran los cromatogramas obtenidos para las muestras, y en el anexo 3 el cromatograma correspondiente al estándar. En la Figura 8 se observa

los cuatro ácidos grasos de mayor presencia, tanto en el aceite crudo como en el refinado: palmítico (C16:0), esteárico (C18:0), oleico (C18:1) y linoleico (C18:2), siendo más abundante este último. Este comportamiento es similar al reportado en los aceites comestibles de colza, soya y girasol (Dorni *et al.* 2018), así como en el aceite de semillas de otras especies de calabaza (Al-Okbi *et al.*, 2014; Nederal, *et al.*, 2014; Petkova & Ankova, 2015; Seymen *et al.*, 2016; Shaban & Sahu, 2017) y diferente del aceite de otras oleaginosas, como el de palma (Besbes *et al.*, 2004), frutos de otras especies de palma (Ramírez-Niño *et al.*, 2018) o el de almendras dulces (Hernández & Zacconi, 2009), donde otros ácidos grasos saturados, como el láurico (C:12) y mirístico (C:14), son los principales en su composición.

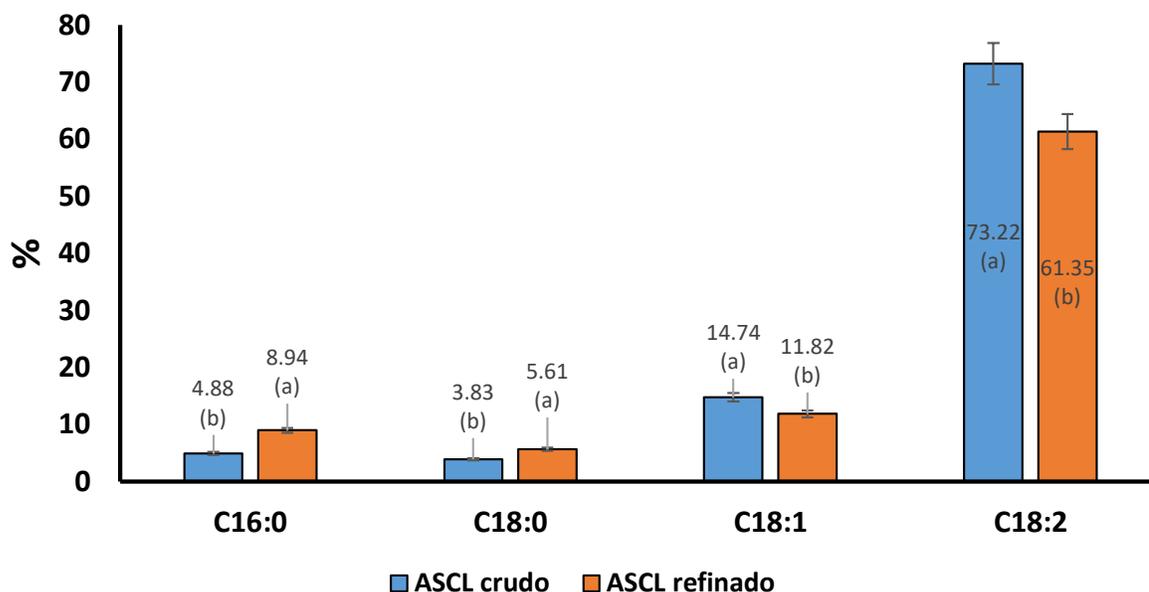


Figura 8. Perfil de ácidos grasos de ASCL crudo y refinado (promedio de tres repeticiones \pm la desviación estándar. Letras distintas indican diferencia significativa para cada uno de los ácidos grasos de acuerdo a la prueba LSD de Fisher ($p \leq 0.05$)).

Aunque el análisis por FTIR (Fig. 8) evidenció que perfil de ácidos grasos no fue afectado por el proceso de refinación, este sí influyó sobre las concentraciones porcentuales de

los ácidos grasos identificados. Estos resultados contrastaron con un estudio similar reportado por Tsaknis *et al.* (1997) para refinación de aceite de semillas de *Cucurbita pepo* y *Cucurbita maxima*, en el que no se apreciaron cambios significativos entre el perfil de ácidos grasos del aceite crudo y el del aceite refinado.

En la Figura 9 se pudo observar un aumento significativo ($p \leq 0.05$) de los ácidos grasos saturados y una disminución, también significativa, de los insaturados después del proceso de refinación, lo cual se debió a la saponificación de los ácidos grasos libres durante el proceso de neutralización con NaOH, como lo reportó Svengroš (1995).

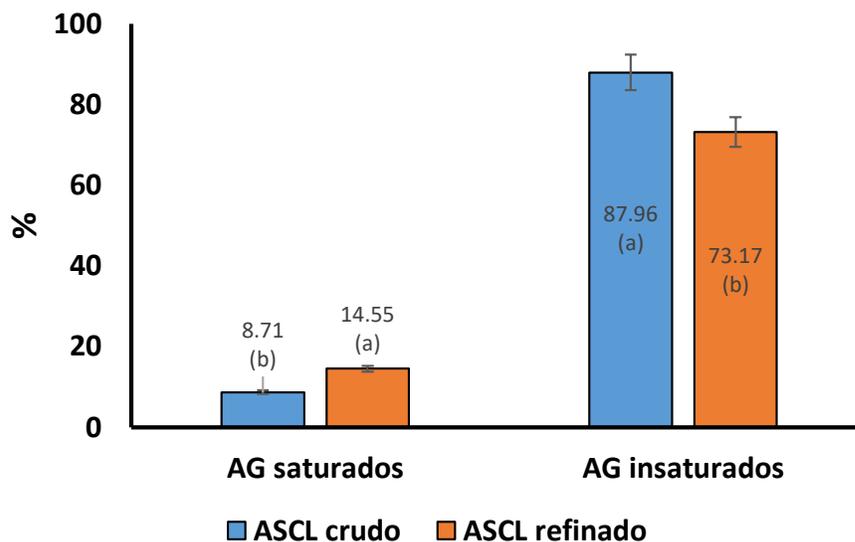


Figura 9. % de ácidos grasos saturados e insaturados en ASCL crudo y refinado (promedio de tres repeticiones \pm la desviación estándar. Letras distintas en cada tipo de aceite indican diferencia significativa de acuerdo a la prueba LSD de Fisher ($p \leq 0.05$)).

Por otro lado, Besbes *et al.* (2005) reportaron un efecto de disminución de ácidos grasos en aceite de palma ocasionado por un tratamiento térmico, lo cual pudo haber ocurrido también durante los sucesivos calentamientos a los que fue sometido el ASCL en los procesos de refinación. En el mismo sentido, Nederal *et al.* (2014) concluyeron que el procesamiento de las semillas de calabaza (*Cucurbita pepo* L.) para la obtención de

aceite influyó en la composición de su perfil de ácidos grasos. Otro factor que incide en ello, son los antioxidantes naturales presentes en las semillas, como los encontrados en otras especies de calabaza (Seymen, *et al.*, 2016).

7.3.3. Espectro infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR)

En general, el espectro infrarrojo medio de un compuesto orgánico proporciona un espectro único, con características que lo distinguen fácilmente del resto de los compuestos, sólo los isómeros ópticos absorben exactamente de la misma forma (Hernández & Zarconi, 2009).

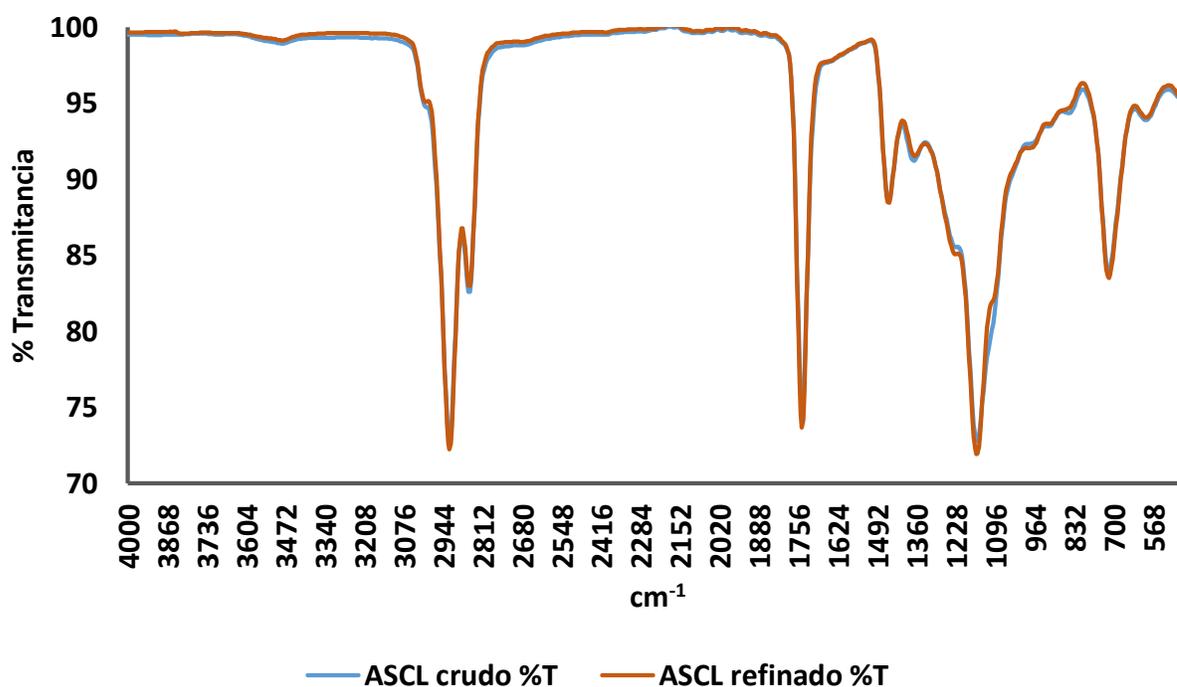


Figura 10. Espectro IR de ASCL crudo y refinado (superpuestos).

Los espectros FTIR (Fig. 10) no revelaron cambios en la composición del aceite de semilla de calabacilla loca después de la refinación. Los resultados correspondieron con el espectro IR de otros aceites vegetales como el de oliva (Guillén & Cabo, 1997), el de

almendras dulces (Hernández & Zacconi, 2009), maíz y ajonjolí (Fadzllilah *et al.*, 2014), así como los de aceite de soya, girasol y semilla de uva (Vasconcelos *et al.*, 2015).

En el espectro resultante, tanto para ASCL crudo como para ASCL refinado, se visualizó una banda de tensión correspondiente al enlace C=CH a los 3004 cm^{-1} , correspondiente a los ácidos grasos insaturados presentes en los aceites, además de dos bandas a los 2924 y 2856 cm^{-1} , asociadas a tensión de los enlaces C-H simétrico y C-H asimétrico en CH_2 . Más atrás, a los 1744 cm^{-1} se mostró una banda asociada al movimiento de extensión del enlace C=O, típico de los enlaces de triglicéridos. Entre los 1452 y 1228 cm^{-1} se apreciaron varias bandas correspondientes a la flexión de enlaces C-H en CH_2 y CH_3 ; y a los 1156 cm^{-1} se ubicó una vibración de tensión correspondiente al enlace C-O, así como a los 1104 cm^{-1} se localizó vibración de tensión O- CH_2 . Por último, se observó una banda a los 712 cm^{-1} , correspondiente a la flexión de $(\text{CH}_2)_n$ con $n>4$, propias de esqueletos carbonados de considerable longitud. Lo anterior según lo referido en varios trabajos previos de investigación al respecto (Hernández & Zacconi, 2009, Lerma-García, 2011; Rohman *et al.*, 2011; Castorena-García *et al.*, 2011; Vasconcelos *et al.*, 2015).

7.3.4. Perfil reológico

Respecto a la reología de ambos fluidos, en la Figura 11 se observa que el comportamiento de la viscosidad del ASCL crudo y del ASCL refinado, fue independiente del gradiente de velocidad de deformación durante el tiempo de evaluación a temperatura ambiente ($25 \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$), lo que sugirió un comportamiento de tipo Newtoniano (Ramírez-Navas, 2006; Masoliver i Marcos *et al.*, 2017; Rohring, 2017).

Por otro lado, resultó evidente el cambio en los valores de viscosidad entre el ASCL crudo y el ASCL refinado (Fig. 10): el primero presentó un comportamiento más fluido que el

ASCL crudo; es decir, el ASCL resultó significativamente más viscoso ($p \leq 0.05$) después del proceso de refinación. Este comportamiento se debe a que la viscosidad del aceite depende de su estructura molecular, y disminuye con la insaturación de los ácidos grasos (Besbes *et al.* 2004; Kim *et al.*, 2010; Masoliver i Marcos *et al.*, 2017). También es probable que se deba a la menor fricción entre las cadenas de ácidos grasos (Sidique *et al.*, 2010), pues es de recordarse que en la composición del perfil de ácidos grasos del ASCL los insaturados disminuyeron y los saturados aumentaron después del proceso de refinación (Fig. 12).

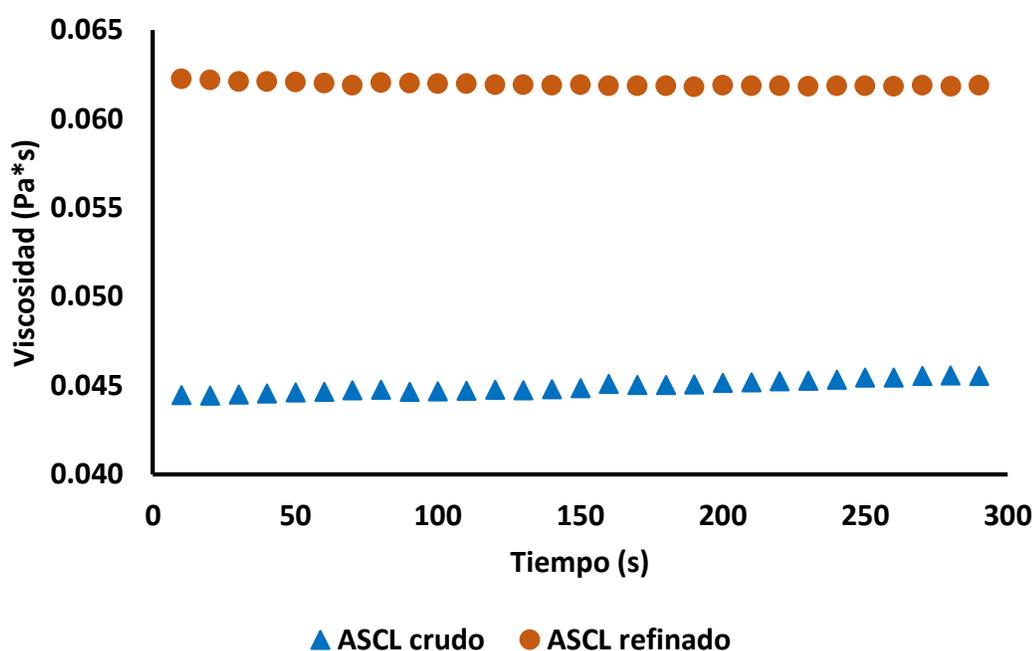


Figura 11. Comportamiento promedio de la viscosidad del ASCL crudo y refinado a temperatura y esfuerzo cortante constantes (25 ± 1 °C y 100 s⁻¹) a través del tiempo.

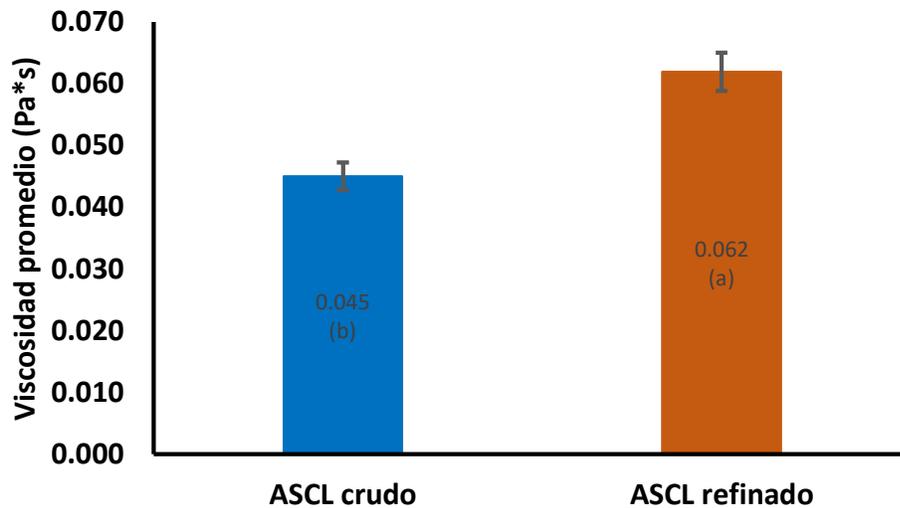


Figura 12. Diferencia entre la viscosidad de ASCL crudo y refinado a temperatura ambiente (25 ± 1 °C) (promedio de tres repeticiones \pm la desviación estándar. Letras diferentes indican diferencia significativa de acuerdo a la prueba LSD de Fisher ($p \leq 0.05$)).

El ASCL refinado, del presente estudio, presentó valores de viscosidad de 62 mPa, a temperatura ambiente, coincidiendo con los valores de viscosidad en aceites de semillas de otras especies de calabaza, reportados por Severa *et al.* (2006). Siddique *et al.* (2010) reportaron valores similares de viscosidad a temperatura ambiente para los aceites de soya (61.1 mPa), girasol (62.0 mPa) y canola (67.1 mPa); Ceriani *et al.* (2008) reportaron también un valor similar para el aceite de semilla de uva (60.04 mPa), en ambas investigaciones las mediciones de viscosidad se realizaron a temperatura ambiente (23 y 20 °C, respectivamente), aunque fueron determinadas con otro tipo de instrumentos.

VIII. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

- El contenido de aceite, dentro de la composición proximal de las semillas de calabacilla loca fue similar al de las semillas de algunas especies de calabaza y diferente al de otras de las reportadas en la literatura.
- El perfil de ácidos grasos se vio modificado por el proceso de refinación, debido a que hubo un aumento de la cantidad de ácidos grasos saturados y una disminución de los insaturados; sin embargo, la estructura química del ASCL no se vio afectada, pues ambos espectros resultaron casi idénticos.
- El color se afectó por el proceso de refinación, pues resultó un aceite con mayor luminosidad óptica y una menor coloración verdosa al finalizar el proceso de refinación, respecto al ASCL crudo.
- Al disminuir el contenido de ácidos grasos insaturados en el ASCL refinado, se promovió un aumento en su viscosidad, en comparación con el ASCL crudo.
- En general, el proceso de refinación ocasionó cambios en la composición y propiedades fisicoquímicas del ASCL, mismos que podrían tener un impacto aún por evaluar en las aplicaciones tecnológicas en que se vaya a probar o utilizar.

Se recomienda, por tanto, ampliar el presente estudio hacia la evaluación de la inducción de la oxidación del ASCL, así como la valoración de sus propiedades térmicas para profundizar en los efectos del proceso de refinación de este y otros aceites comestibles.

IX. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Ali, N.; Keong, S. Ho, W.; Kee, B.; Tan, S. & Guan, S. (2012) The promising future of chia (*Salvia hispanica* L.). *Journal of Biomedicine and Biotechnology*. 12(3):2 – 7
- Al-Okbi, S. Y.; Mohamed, D. A.; Kandil, E.; Ahmed, E. K. & Mohamed, S. E: (2014) Functional ingredients and cardiovascular protective effect of pumpkin seed oils. *Grasas y Aceites*, 65(1):1 – 10 DOI: <http://dx.doi.org/10.3989/gya.062813>
- Amigun, B. & Musango, J. K. (2011) An analysis of potential feedstock and location for biodiesel production in Southern Africa. *International Journal of Sustainable Energy* 30(1):35 – 58
- Berry, J. W.; Scheerens, J. C. & Bemis, W. P. (1978) Buffalo gourd roots: chemical composition and seasonal changes in starch contents. *J. Agric. Food Chem.* 26(2): 354 – 356
- Besbes, S.; Blecker, Ch.; Deroanne, C.; Lognay, G.; Drira, N.-E. & Attia, H. (2004). Date seeds: chemical composition and characteristic profiles of the lipid fraction. *Food Chemistry*, 84(2004):577 – 584 DOI: 10.1016/S0308-8146(03)00281-4
- Besbes, S.; Blecker, Ch.; Deroanne, C.; Lognay, G.; Drira, N.-E. & Attia, H. (2005) Heating effects on some quality characteristics of date seed oil. *Food Chemistry* 91(2005): 469 – 476 DOI: 10.1016/j.foodchem.2004.04.037
- Blanco Rodríguez, P. (2007). Diseño de una planta piloto de refinación de aceites vegetales. Proyecto de fin de carrera (tesis profesional). Universidad de Cádiz. Cádiz, España.
- Calvo Grajales, A. (2003) Extracción y purificación de aceite a partir de semilla de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) para su aplicación en la industria alimentaria. Tesis profesional. Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro. Buenavista, Saltillo, Coahuila, México.
- Castorena-García, J. H.; Rojas-López, R.; Delgado-Macuil. R. & Robles de la Torre, R. R. (2011). Análisis de pulpa y aceite de aguacate con espectroscopía infrarroja. *Conciencia Tecnológica*, 42(2011):5 – 10

- Cefla Miranda, K.O. (2015) Diseño de una planta para la extracción de aceite vegetal comestible de las semillas de chía (*Salvia hispánica* L.) mediante prensado. Tesis profesional. Escuela Politécnica Nacional. Quito, Ecuador.
- Ceriani, R., Paiva, R. F.; Gonçalves, C.; Batista, E. A. C. & Meirelles, A. J. A. (2008). Densities and viscosities of vegetable oils of nutritional value. *J. Chem. Eng. Data*, 53(2008):1846 – 1853 DOI: 10.1021/je800177e
- Choe, E. & Min, D. B. (2006). Mechanisms and factors for edible oil oxidation. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 5(2006): 169 – 186 <https://doi.org/10.1111/j.1541-4337.2006.00009.x>
- Curtis, W. H.; Scheerens, J. C. & Berry, J. W. (1986) Antinutritional factors in cucurbita seed meals. *J. Agric. Food Chem.* 34:434 – 436
- Dreher, M. L. & Berry, J. W: (1983) Buffalo gourd root starch, Part I: properties and structure. *Starch/Stärke* 35(3):76 – 81
- Dorni, C.; Sharma, P.; Saikia, G. & Longvah, T. (2018) Fatty acid profile of edible oils and fats consumed in India. *Food Chemistry* 238(2018):9 – 15 DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.05.072>
- Fadzilliah, N. A.; Che Man, Y. B. & Rohman, A. (2014). FTIR spectroscopy combined with chemometric for analysis of sesame oil adulterated with corn oil. *International Journal of Food Properties*, 17(6):1275 – 1282 DOI: 10.1080/10942912.2012.689409
- Fahy, E., Subramaniam, S., Brown, A.H., Glass, C.K., Merrill Jr., A.H., Murphy, R.C., Raetz, C.R.H., Russell, D.W., Seyama, Y., Shaw, W., Shimizu, T., Spener, F., van Meer, G., VanNieuwenhze, M.S., White, S.H., Witztum, J.L. & Dennis, E.A. (2005). A comprehensive classification system for lipids. *J. Lipid Res.*, 46(2005): 839 – 861
- FAO (2010) Grasas y ácidos grasos en la alimentación humana – Consulta de expertos. Estudio FAO alimentación y nutrición. Organización de la Naciones Unidas para la Alimentación y la Agricultura (FAO), Roma, Italia. p. 21
- FAO (2017) CODEX STAN 210 – 1999. Norma del CODEX para aceites vegetales especificados. Adoptada en 1999. Revisada en 2001, 2003, 2009 y 2017.

Enmendada en 2005, 2011, 2013, 2015 y 2017. Recuperado el 26 de abril de 2018 de: http://www.fao.org/fao-who-codexalimentarius/sh-proxy/en/?lnk=1&url=https%253A%252F%252Fworkspace.fao.org%252Fsites%252Fcodex%252Fstandards%252FCODEX%2B210-1999%252FCXS_210s.pdf

Gaidi, G.; Marouf, A.; Hanquet, B.; Bauer, R.; Correira, M.; Chaufert, B. & Lacaille-Dubois, M. A. (2000) A new major triterpene saponin from the roots of *Cucurbita foetidissima*. *J. Nat. Prod.* 63: 122 – 124

González Pérez, B. (2008) Extracción de aceite de semillas de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) mediante biolixiviación y prensado. Tesis profesional. Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro. Buenavista, Saltillo, Coahuila, México.

Granados-Sánchez, D. y López-Ríos, G. F. (1999) Un recurso forestal de zonas áridas: calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima* H.B.K.). *Revista Chapingo serie Ciencias Forestales y del Ambiente* 5(1):35 – 40

Grasso, F.V. (2013) Diseño del proceso: pretratamiento enzimático para extracción de aceites vegetales en un extractor de columna. Tesis de Doctorado. Universidad Nacional de la Plata. Buenos Aires, Argentina.

Guillén, M. D. & Cabo, N. (1997). Infrared spectroscopy in the study of edible oils and fats. *J. Sci. Food Agric.* 75(1997):1 – 11 DOI: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-0010\(199709\)75:1<1::AID-JSFA842>3.0.CO;2-R](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-0010(199709)75:1<1::AID-JSFA842>3.0.CO;2-R)

Haas, M. J.; Michalski, P. J.; Runyon, S.; Nunez, A. & Scott, K. M. (2003). Production of FAME from acid oil, a by-product of vegetable oil refining. *J. Amer. Oil Chem. Soc.* 80(1):97 – 102 DOI: <https://doi.org/10.1007/s11746-003-0658-4>

Hermógenes G., J. Velásquez y A. Cuartas. (2010). Extracción con solventes y purificación de aceite a partir de semillas de *Jatropha curcas*. *Revista de Investigaciones Aplicadas* 4(2):5–6.

Hernández, S. A. & Zacconi, F. C. M. (2009). Aceite de almendras dulces: extracción, caracterización y aplicación. *Quim. Nova*, 32(5):1342 – 1345

- Jiménez, M.E.; Aguilar, M.R.; Zambrano, M.L. & Kolar, E. (2001) Propiedades físicas y químicas del aceite de aguacate obtenido de puré deshidratado por microondas. *Revista de la Sociedad Química de México*. 45(2):89 – 92
- Kim J.; Kim D. N.; Lee, S. H.; Yoo S.-H. & Lee, S. (2010). Correlation of fatty acid composition of vegetable oils with rheological behaviour and oil uptake. *Food Chem*. 118(2010):398 – 402 DOI: <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2009.05.011>
- Khoury, N.N.; Dagher, S. & Sawaya, W. (1982) Chemical and physical characteristics, fatty acid composition and toxicity of buffalo gourd oil, *Cucurbita foetidissima*. *J. Fd. Technol*. 17(1982):19 – 26
- Legiscomex (2015) Inteligencia de mercados – estudio de aceites vegetales en México. Recuperado el 15 de marzo de 2018 de: <https://www.legiscomex.com/BancoMedios/Documentos%20PDF/estudio-sector-aceites-vegetales-mexico-2015-completo-rci295.pdf>
- Lerma García, M. J. (2011). Desarrollo de métodos de caracterización y autenticación de aceites de oliva y de otros aceites vegetales. Tesis doctoral. Universitat de València. España.
- Lira Saade, R. (2001) *Cucurbitaceae*. Flora del bajío y regiones adyacentes. Fascículo 92. Universidad Nacional Autónoma de México. Pp. 20 – 23
- Lira-Saade, R.; Eguiarte-Frums, L. y Montes-Hernández, S (2009) *Proyecto recopilación y análisis de la información existente de los géneros Cucurbita y Sechium que crecen y/o se cultivan en México*. Informe final. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias. México. Pp. 21 – 23
- Lopes, W. A.; Fascio, M. (2004). Flow chart for infrared spectra interpretation of organic compounds. *Quim. Nova*, 27(4):670 – 673 DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/S0100-40422004000400025>
- Man, S.; Gao, W.; Zhang, Y.; Huang, L. & Liu, C. (2010) Chemical study and medical applications of saponins as anti-cancer agents. *Fitoterapia* (81):713 – 714

- Martínez, M. (2010). Extracción y caracterización de aceite de nuez (*Juglans regia* L.): influencia del cultivar y de factores tecnológicos sobre su composición y estabilidad oxidativa. Tesis Doctoral. Universidad Nacional de Córdoba. Córdoba, Argentina.
- Masoliver i Marcos, G.; Pérez-Sánchez. M. & López-Jiménez, P. A. (2017) Modelo experimental para estimar la viscosidad de fluidos no newtonianos: ajuste a expresiones matemáticas convencionales. *Modelling in Science Education and Learning*, 10(1):5 – 17 DOI: 10.4995/msel.2017.5901
- Medina M., G.B. (2010) Aceites y grasas comestibles. Curso. Universidad de Antioquía, Medellín, Colombia. Recuperado el 07 de abril de 2018 de: <https://www.revistavirtualpro.com/biblioteca/aceites-y-grasas-comestibles>
- Melaragno, J. (2011). Buffalo gourd. Deer canyon folks.org: a virtual home for Deer canyon preserve propety owners. Disponible el 23 de enero de 2018 en: <http://www.deercanyonfolks.org/flora/buffalo-gourd-june-2011.html>
- Monrroy López, A. (2007) Evaluación de rendimientos en la extracción por prensado del aceite de semilla de calabacilla loca (*Cucurbita foetidissima*) tratada enzimáticamente. Tesis profesional. Universidad Autónoma Agraria Antonio Narro. Buenavista, Saltillo, Coahuila, México.
- Monteza Almeyda, S.S. & Samamé Barboza, J.N. (2016) Extracción, caracterización y determinación del tiempo de vida útil de semilla se zapote (*Matisia cordata*, Bonpl). Tesis profesional. Universidad Señor de Sipán. Pimentel, Perú.
- Navas Hernández, P.B. (2010) Componentes minoritarios y propiedades antioxidantes de aceites vírgenes y tortas residuales obtenidas por presión en frío a partir de fuentes vegetales convencionales y no convencionales. Tesis de doctorado. Universidad de Castillo – La Mancha. España.
- Nederal, S.; Petrović, M.; Vincek, D.; Pukey, D.; Skevin, D.; Kraljić, K. & Obranić, M. (2014). Variance of quality parameters and fatty acid composition in pumpkin seed oil during three crop seasons. *Industrial Crop and Products*, 60(2014):15 – 21 DOI: <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.05.044>

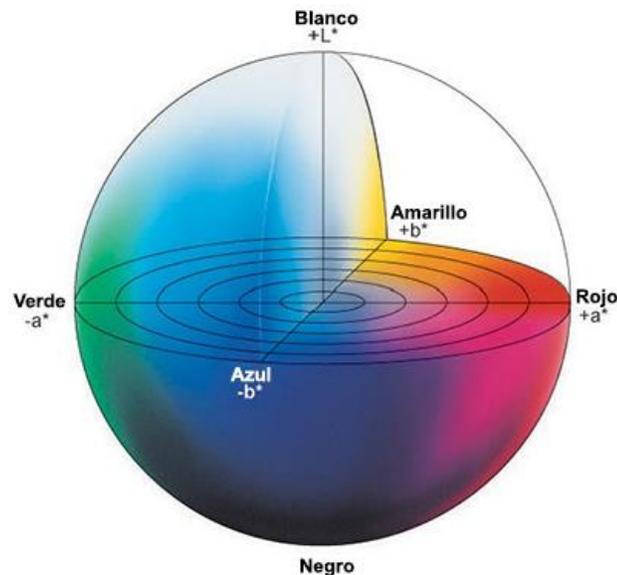
- Nolasco Guzmán, E.D. (2015) Evaluación de cuatro métodos de extracción de aceite de la semilla de piñón (*Jatropha curcas*) var. Cabo Verde y cuantificación de sus ésteres de forbol. Tesis profesional. Escuela Agrícola Panamericana. Zamorano, Honduras.
- Oloyede, F. M.; Obisesan, I. O.; Agbaje, G. O. & Obuotor, E. M. (2012) Effect of NPK fertilizer on chemical composition of pumpkin (*Cucurbita pepo* Linn.) seeds. *The Scientific World Journal*. Art. ID 808196(2012):1 – 6
- Petkova, Zh. Y. & Ankova, G. A. (2015) Changes in the composition of pumpkin seeds (*Cucurbita moschata*) during development and maturation. *Grasas y Aceites*, 66(1):1 – 9 DOI: <http://dx.doi.org/10.3989/gya.0706142>
- Potter, N. N. y Hotchkiss, H. J. (1995). Ciencia de los alimentos. Zaragoza, España. pp. 399-404.
- Proexport Colombia (2004) Estudio de mercado México – sector aceites y grasas. Convenio ANT/MT-7253-CO. Programa de información al exportador por internet. Bogotá, Colombia. 80 p. Recuperado el 14 de marzo de 2018 de: <https://www.revistavirtualpro.com/download/estudio-de-mercado-mexico-sector-aceites-y-grasas.pdf>
- Ramírez Navas, J. S. (2006). Fundamentos de reología de alimentos. JSR e-books. Cali, Valle, Colombia.
- Ramírez-Niño, M. A.; Jiménez-Forero, J.; Bernal-Salazar, J. P. & Osorio-Dueñas, M. D: (2018) Characterization of oil extracted from the kernel of the fruit of cumare's palm (*Astrocaryum chambira* Barret). *Revista Facultad Nacional de Agronomía Medellín* 71(1):8415 – 8422 DOI: 10.15446/rfna.v71n1.69589
- Rezig, L.; Chouaibi, M.; Msaada, K. & Hamdi, S. (2012) Chemical composition and characterisation of pumpkin (*Cucurbita maxima*) seed oil. *Industrial Crops and Products*, 37(2012):82 – 87 DOI:10.1016/j.indcrop.2011.12.004
- Rohman, A.; Che Man, Y. B.; Hashim, P. & Ismail, A. (2011). FTIR spectroscopy combined with chemometrics for analysis of lard adulteration in some vegetable oils. *CyTA Journal of Food*, 9(2):96 – 101 DOI: 10.1080/19476331003774639

- Rohring, B. (2017). La maravilla para reducir impactos D30®. American Chemical Society. *Chematters*, febrero – marzo 2017. Recuperado de: www.acs.org/chemmatters
- Royo-Márquez, M.; Mellgoza-Castillo, A. y Sierra-Tristán, J. S. (2003) Manual de plantas útiles. Instituto Nacional de Investigaciones Forestales, Agrícolas y Pecuarias. Chihuahua, México. p. 5
- Severa, L.; Havlíček, M.; Buchar, J. & Křivánek, I. (2006). On the selected rheological parameters of edible vegetable oils. *Acta Universitatis Agriculturae et Silviculturae Mendelianae Brunensis*, 8(1):83 – 93
- Shaban, A. & Sahu, R. P. (2017) Pmpkin seed oil: an alternative medicine. *International Journal of Pharmacognosy and Phytochemical Research*, 9(2): 223 – 227 DOI: 10.25258/phyto.v9i2.8066
- Schauss, A. G. (2010) *Emerging knowledge of the bioactivity of foods in the diets of indigenous North Americans*. Chapter 5. Bioactives foods in promoting health: fruits and vegetables. Elsevier. Pp. 71 – 84
- Seale & Associates (2017) Reporte de la industria del aceite de consumo. Seale & Associates, Creative Solutions. Trusted Advice. Recuperado el 23 de febrero de 2018 de: <http://mnamexico.com/wp-content/uploads/2017/08/Aceite-compressed.pdf>
- Seymen, M.; Uslu, N.; Türkmen. Ö.; Al-Juhaimi, F. & Öscan, M. M. (2016) Chemical compositions and mineral contents of some hull-less pumpkin seed and oils. *Journal of American Oil Chemistry Society*, DOI 10.1007/s11746-016-2850-5
- Sidique, B. M.; Ahmad, A.; Ibrahim, M. H.; Hena, S.; Rafatullah, M. & Mohd Omar A. K. (2010). Physico-chemical properties of blends of palm olein with other vegetable oils. *Grasas y Aceites*, 61(4):423 – 429 DOI: 10.3989/gya.010710
- Silverstein, R. M.; Bassler, G. C.; Morrill, T. C. (1991). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 5th ed., John Wiley & Sons: New York, U.S.A .

- Stevenson, D. G.; Eller, F. J.; Wang, L.; Jane, J.L.; Wang, T. & Inglett, G. E. (2007) Oil and tocopherol content and composition of pumpkin seed oil in 12 cultivars. *J. Agric. Food Chem.* 55:4005 – 4013
- Svengroš, J. (1995) Physical refining of edible oils. *J. Am. Oil Chem. Soc.* 72(10):1193 – 1196. DOI: <https://doi.org/10.1007/BF02540987>
- Tabio García, D.; Díaz Domínguez, Y.; Rondón Macías, M.; Fernández Santana, E. & Piloto Rodríguez, R. (2017). Extracción de aceites de origen vegetal. Monografía. Universidad Tecnológica de la Habana “José Antonio Echeverría”. La Habana, Cuba.
- Tsaknis, J.; Lalas, S. & Lazos, E. S. (1997). Characterization of crude and purified pumpkin seed oil. *Grasas y Aceites* 48(Fasc. 5):267 – 272 DOI: <https://doi.org/10.3989/gya.1997.v48.i5.802>
- Vasconcelos, M.; Coelho, L.; Barros, A. & Marques Martins de Almeida, J. M. (2015). Study of adulteration of extra virgin olive oil with peanut oil using FTIR spectroscopy and chemometrics. *Cogent Food & Agriculture*, 1(2015):1 – 13 DOI: <http://dx.doi.org/10.1080/23311932.2015.1018695>
- Vasconcellos, J.A. & Berry, J.W. (1982). Characteristics of laboratory-processed *Cucurbita foetidissima* seed oil. *JAOCS* 59(2):79 – 84
- Vasconcellos, J.A.; Berry, J.W.; Weber, C.W. & Scheerens, J.C. (1980) The properties of *Cucurbita foetidissima* seed oil. *JAOCS* (sep. 1980): 310 – 313
- Vega Turizo, A. (2004) Guía para la elaboración de aceites comestibles, caracterización y procesamiento de nueces. Convenio Andrés Bello, serie Ciencia y Tecnología No. 139. Bogotá, Colombia. 86 p.
- White, F. M. (2008). Fluid mechanics. 6th Ed. McGraw-Hill. Georgia City, U.S.A.
- Wood, J. W. & Jones, H. A. (1943) An examination of the fatty oil from buffalo gourd seed. *J. Am. Chem. Soc.* 65 (9):1783 –1783

X. ANEXOS

Anexo 1. Entendiendo el espacio de color CIE L*a*b*



Es remarcable cómo el ojo humano puede percibir millones de colores. Es también interesante cómo cada individuo percibe el color y como éstas percepciones diferentes pueden resultar en costosos problemas relacionados al color para fabricantes y proveedores. Por lo tanto, ¿cómo evaluamos el color de un objeto o expresamos el color en forma precisa a otra persona usando un lenguaje y estándar consistente?

Espacio de Color

Un espacio de color puede ser descrito como un método para expresar el color de un objeto usando algún tipo de anotación, como pueden ser los números. La Commission Internationale de l'Éclairage (CIE), una organización sin fines de lucro que es considerada como la autoridad en la ciencia de la luz y el color, ha definido espacios de color, incluyendo CIE XYZ, CIE L*C*h, y CIE L*a*b*, para comunicar y expresar el color objetivamente.

El espacio de color L*a*b*, también referido como CIELAB, es actualmente uno de los espacios de color más populares y uniformes usado para evaluar el color de un objeto. Este espacio de color es ampliamente usado porque correlaciona los valores numéricos de color consistentemente con la percepción visual humana. Investigadores y fabricantes lo usan para evaluar los atributos de color, identificar inconsistencias, y expresar precisamente sus resultados a otros en términos numéricos.

El Lenguaje Universal: Expresando el Color Usando Coordenadas L*a*b*

El color corresponde a una percepción e interpretación subjetiva. Dos personas mirando un mismo objeto pueden usar puntos de referencia distintos y expresar el mismo color con una gran variedad de palabras diferentes, llevando a confusión y falta de

comunicación internamente o a través de la cadena de abastecimiento. Para evitar esto y asegurar que una muestra cumpla con el estándar, el color debe ser expresado en términos numéricos y objetivos.

Cuando se clasifican los colores, se los puede expresar en términos de matiz (color), luminosidad (brillo) y saturación (vividez). Al crear escalas para éstos atributos, podemos expresar en forma precisa el color.

El espacio de color $L^*a^*b^*$ fue modelado en base a una teoría de color oponente que establece que dos colores no pueden ser rojo y verde al mismo tiempo o amarillo y azul al mismo tiempo. Como se muestra a continuación, L^* indica la luminosidad y a^* y b^* son las coordenadas cromáticas.

L^* =luminosidad

a^* = coordenadas rojo/verde (+a indica rojo, -a indica verde)

b^* = coordenadas amarillo/azul (+b indica amarillo, -b indica azul)

Los instrumentos de medición de color, incluyendo espectrofotómetros y colorímetros, pueden cuantificar éstos atributos de color fácilmente. Ellos determinan el color de un objeto dentro del espacio de color y muestran los valores para cada coordenada L^* , a^* , y b^*

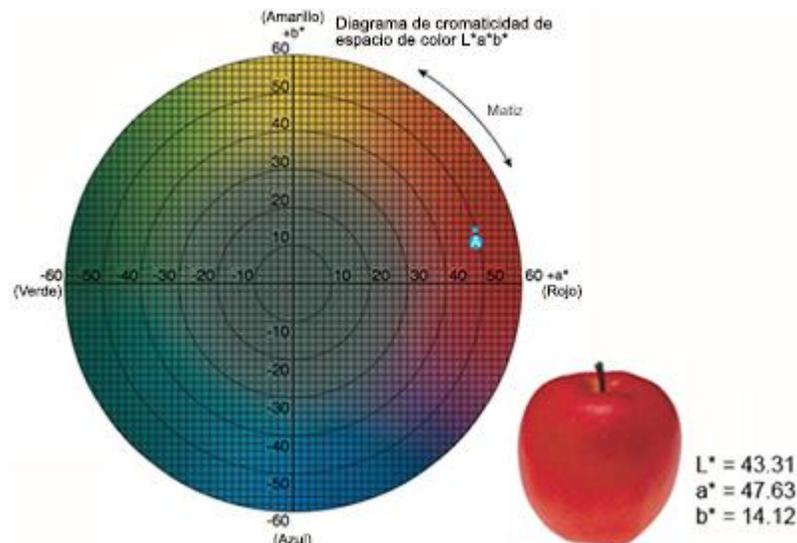


Figura 2

Al medir el color de una manzana, por ejemplo, los valores $L^*a^*b^*$ que se ven en la Figura 2 muestran las mediciones de los instrumentos de color.

Diferencias de Color: ¿Qué próxima es la igualdad de la Muestra con el Estándar?

Aún si dos colores parecen los mismos a una persona, se pueden encontrar diferencias ínfimas cuando son evaluados con un instrumento de medición de color. Si el color de una muestra no cumple con el estándar, la satisfacción del consumidor se ve comprometida y la cantidad de trabajo y costos aumenta. Es por ello, que identificar

diferencias de color entre una muestra y el estándar antes de la producción masiva es muy importante.

La diferencia de color es definida como la comparación numérica de una muestra con el estándar. Indica las diferencias en coordenadas absolutas de color y se la conoce como Delta (Δ). Deltas por L^* (ΔL^*), a^* (Δa^*) y b^* (Δb^*) pueden ser positivas (+) o negativas (-). La diferencia total, Delta E (ΔE^*), sin embargo, siempre es positiva. Éstas son expresadas como:

ΔL^* = diferencia en luz y oscuridad (+ = más luminoso, - = más oscuro)

Δa^* = diferencia en rojo y verde (+ = más rojo, - = más verde)

Δb^* = diferencia en amarillo y azul (+ = más amarillo, - = más azul)

ΔE^* = diferencia total de color

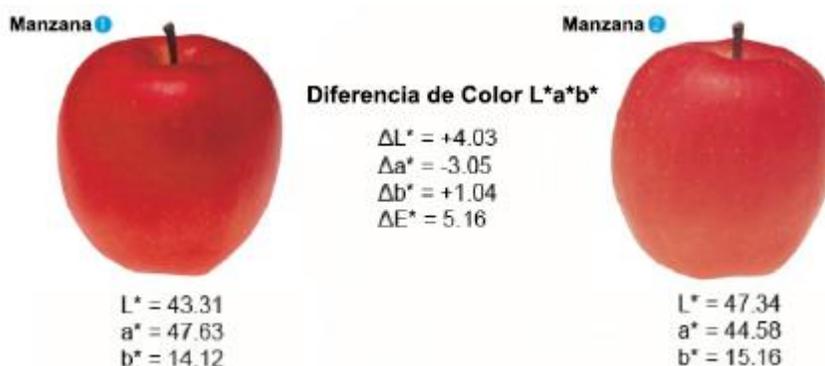


Figura 3

Para determinar la diferencia total de color entre las tres coordenadas, se debe usar la siguiente fórmula:

$$\Delta E^* = [\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2}]^{1/2}$$

Es importante destacar que Delta E sólo indica la magnitud de la diferencia total de color pero no indica cuán correcta es.

Ahora, comparemos la manzana en la Figura 2 a una segunda manzana (ver Figura 3)

Al mirar los valores $L^*a^*b^*$ para cada manzana en la Figura 3, podemos determinar objetivamente que las manzanas no igualan en color. Estos valores nos dicen que la Manzana 1 es un poco más oscura, roja y menos amarilla que la Manzana 2. Si ponemos los valores $\Delta L^* = +4.03$, $\Delta a^* = -3.05$, y $\Delta b^* = +1.04$ en la ecuación de diferencia de color, se puede determinar que la diferencia total de color es 5.16.

$$5.16 = [4.03^2 + (-3.05)^2 + 1.04^2]^{1/2}$$

Los instrumentos de medición de color pueden detectar diferencias no visibles por el ojo humano e instantáneamente mostrar esas diferencias en forma numérica o en un gráfico de reflectancia espectral. Luego de identificar las diferencias de color usando los valores $L^*a^*b^*$, se debería decidir si la muestra es aceptable o no.

Tolerancias de Color: ¿Es la Diferencia de Color Aceptable?

La tolerancia de color es el límite de cuán grande la diferencia de color entre la muestra y el estándar es permitida para que la muestra sea considerada aceptable. Usando $L^*a^*b^*$, los usuarios pueden correlacionar las diferencias de color numéricas a sus propias evaluaciones visuales. Los valores de tolerancia deberían ser definidos internamente o entre el proveedor y el consumidor y usados en control de calidad para determinar si la muestra pasa o no el proceso de inspección.

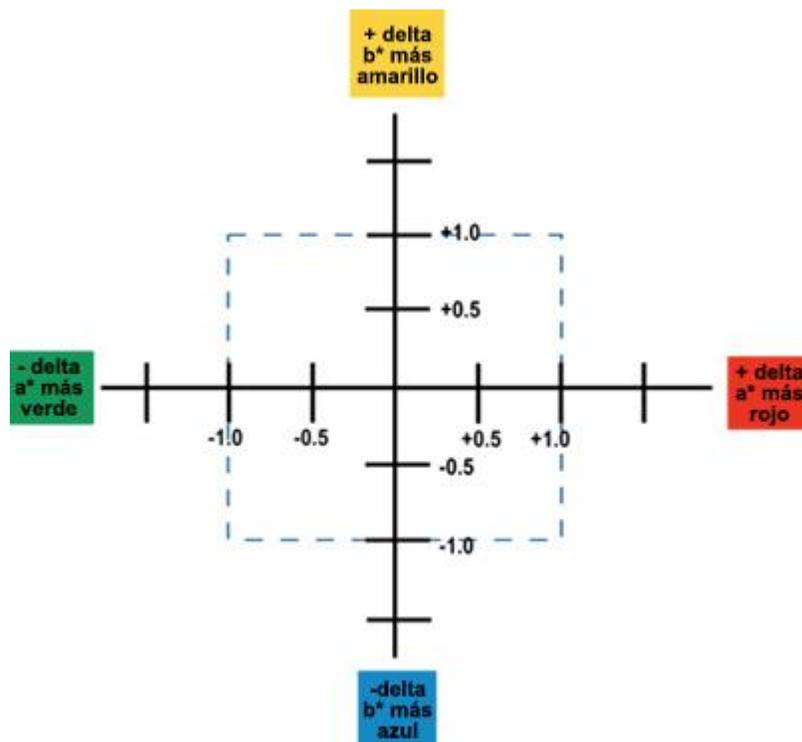


Figura 4

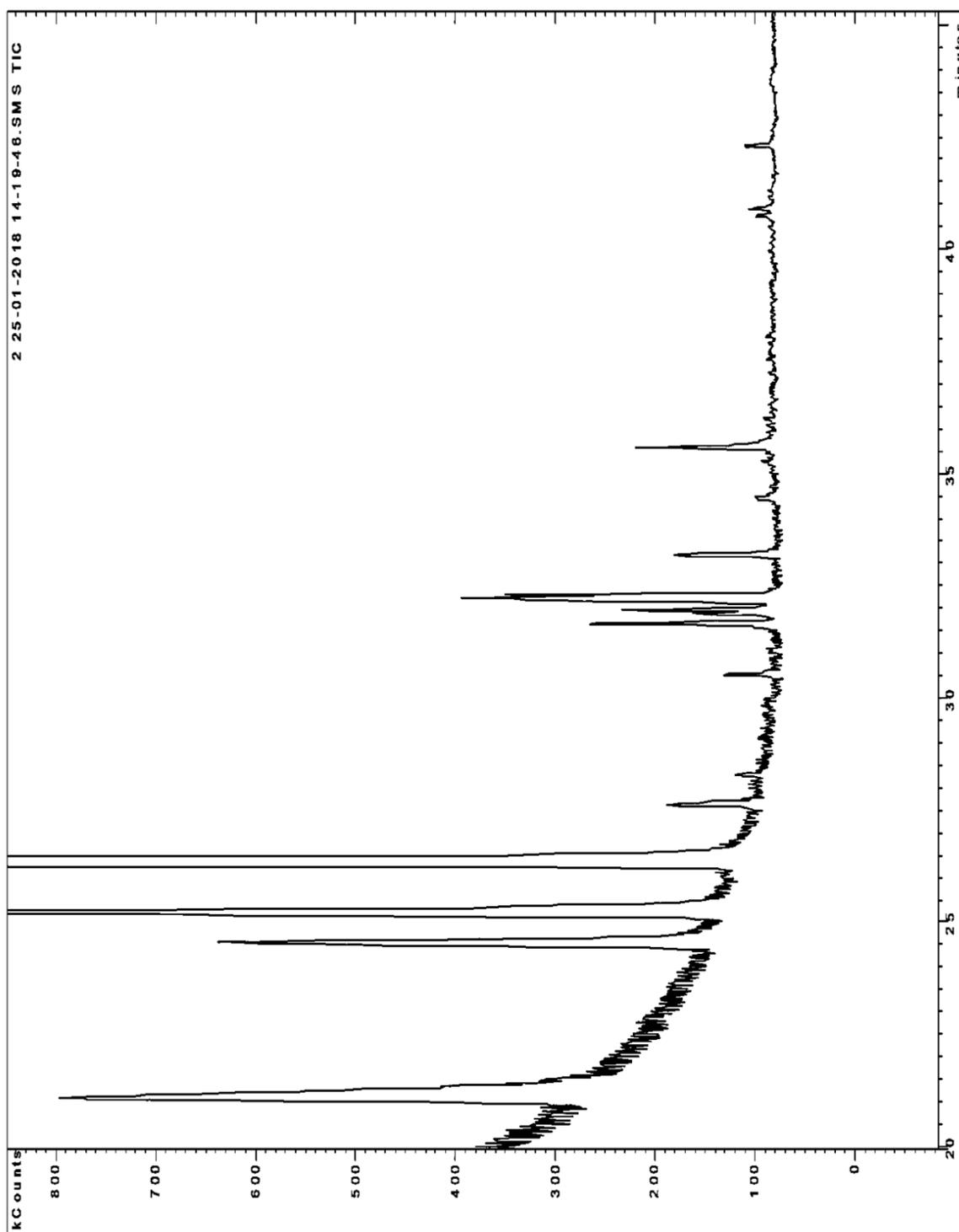
Las tolerancias típicamente deberían ser establecidas por cada componente ΔL^* , Δa^* , y Δb^* para identificar qué coordenada, si la hay, ha excedido el límite. Los valores de tolerancia crean una caja alrededor del estándar (ver Figura 4). El color que cae dentro de la caja es considerado aceptable, mientras que el color que cae fuera de ella es rechazado. ΔE^* puede ser usado para tolerancias, cuando el usuario también evalúa atributos individuales.

El color que queda cerca del borde de ésta caja de tolerancia puede ser aceptable numéricamente pero visualmente inaceptable para el observador. La fórmula de diferencia de color CIE2000 se estableció para solucionar éste problema. Ésta fórmula establece en forma más precisa cómo el ojo humano percibe el color y provee una mayor exactitud, creando un elipsoide alrededor del estándar dentro del espacio de color. El color que cae dentro del elipsoide es considerado aceptable, mientras que el color que cae fuera es rechazado.

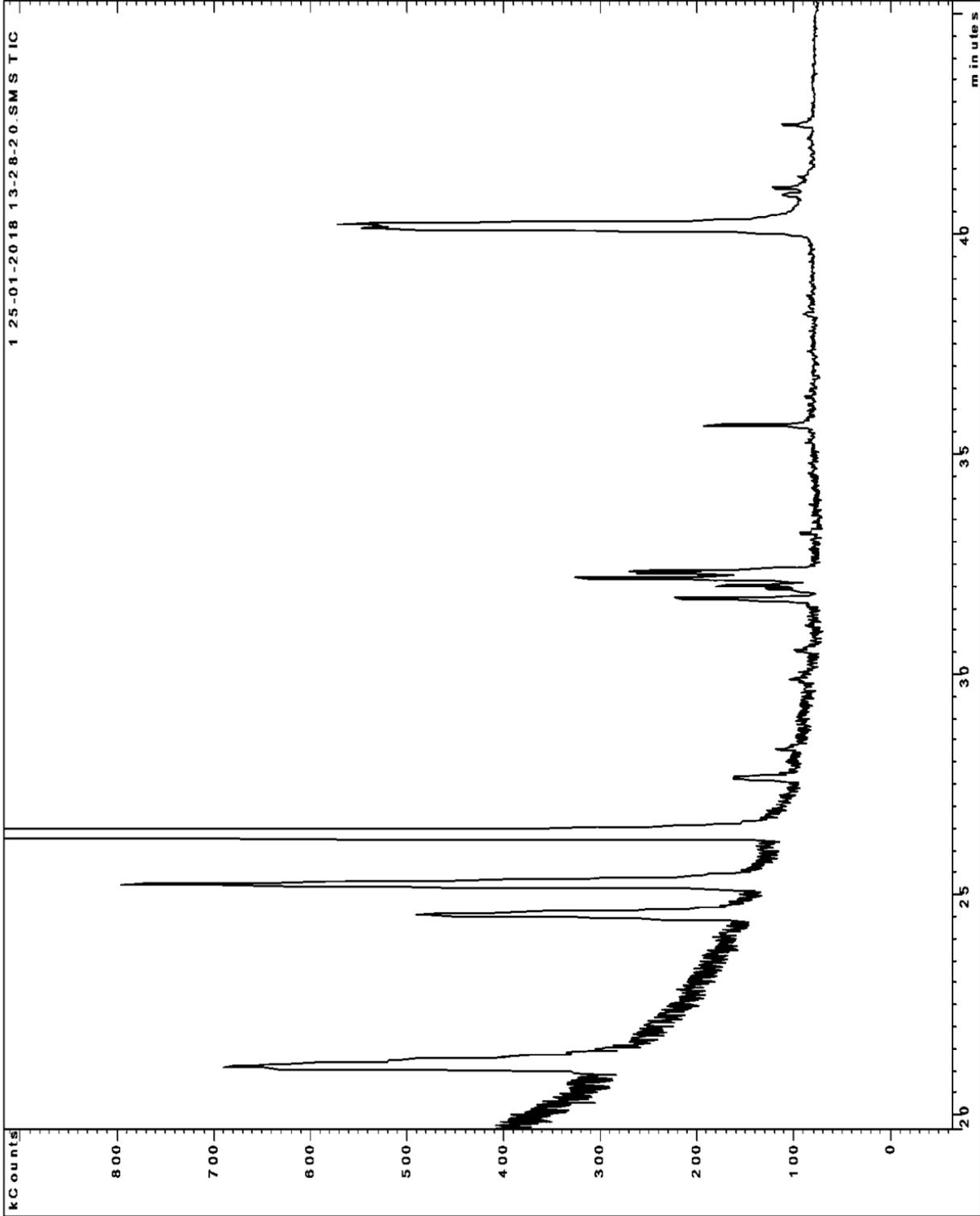
Recuperado el 18 de mayo de 2018 de:

<http://sensing.konicaminolta.com.mx/2014/09/entendiendo-el-espacio-de-color-cie-lab/>

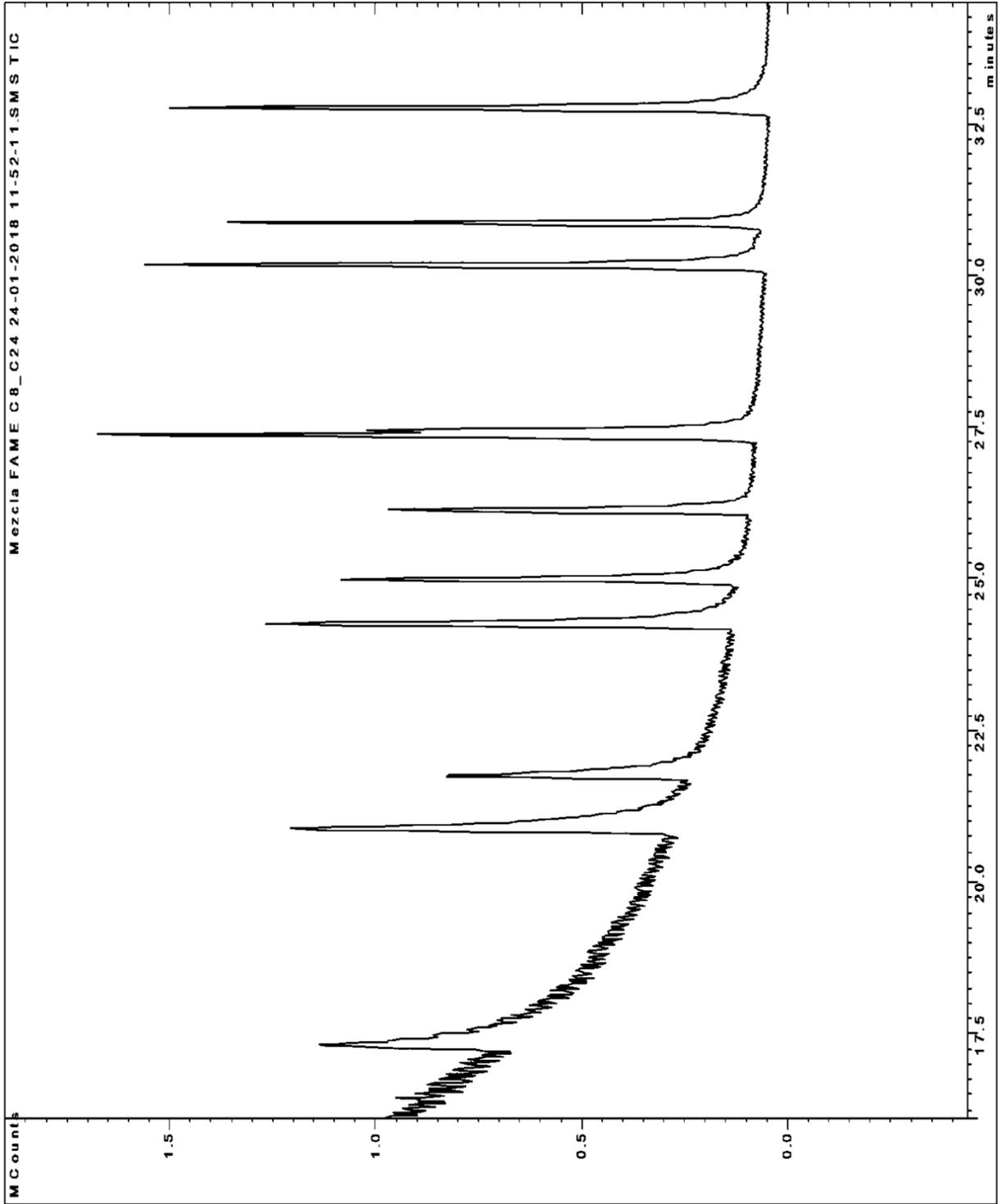
Anexo 2a. Cromatograma derivados del análisis CG para ASCL crudo.



Anexo 2b. Cromatograma derivados del análisis CG para ASCL refinado.



Anexo 3. Cromatograma derivados del análisis CG para estándar de ácidos grasos (FAME C8 – C24).



Anexo 4. Pruebas estadísticas en la determinación de color CIE L*a*b del ASCL crudo (ASCLc) y refinado (ASCLr)

Tabla ANOVA para L por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	125.401	1	125.401	542.08	0.0000
Intra grupos	0.925333	4	0.231333		
Total (Corr.)	126.326	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de L entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para L por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	3	78.3633	X
ASCLr	3	87.5067	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	-9.14333	1.09034

* indica una diferencia significativa.

El StatAdvisor

La mitad inferior de la salida muestra las diferencias estimadas entre cada par de medias. Se ha colocado un asterisco junto a 1 par, indicando que este par muestra diferencias estadísticamente significativas con un nivel del 95.0% de confianza. No existen diferencias estadísticamente significativas entre aquellos niveles que compartan una misma columna de X's. El método empleado actualmente para discriminar entre las medias es el procedimiento de diferencia mínima significativa (LSD) de Fisher. Con este método hay un riesgo del 5.0% al decir que cada par de medias es significativamente diferente, cuando la diferencia real es igual a 0.

Tabla ANOVA para a por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	1.06682	1	1.06682	2.96	0.1607
Intra grupos	1.44407	4	0.361017		
Total (Corr.)	2.51088	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la razón-F es mayor o igual que 0.05, no existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de a entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para a por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	3	-4.57	X
ASCLr	3	-3.72667	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
ASCLc - ASCLr		-0.843333	1.3621

* indica una diferencia significativa.

Tabla ANOVA para b por aceite

<i>Fuente</i>	<i>Suma de Cuadrados</i>	<i>Gl</i>	<i>Cuadrado Medio</i>	<i>Razón-F</i>	<i>Valor-P</i>
Entre grupos	77.832	1	77.832	327.81	0.0001
Intra grupos	0.949733	4	0.237433		
Total (Corr.)	78.7818	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de b entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para b por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

<i>aceite</i>	<i>Casos</i>	<i>Media</i>	<i>Grupos Homogéneos</i>
ASCLr	3	11.3133	X
ASCLc	3	18.5167	X

<i>Contraste</i>	<i>Sig.</i>	<i>Diferencia</i>	<i>+/- Límites</i>
ASCLc - ASCLr	*	7.20333	1.10463

* indica una diferencia significativa.

Anexo 5. Pruebas estadísticas en la determinación de perfil de ácidos grasos de ASCLc y ASCLr.

Tabla ANOVA para C16:0 por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	24.7254	1	24.7254	247254.00	0.0000
Intra grupos	0.0004	4	0.0001		
Total (Corr.)	24.7258	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de C16:0 entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para C16:0 por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	3	4.88	X
ASCLr	3	8.94	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	-4.06	0.0226696

* indica una diferencia significativa.

Tabla ANOVA para C18:0 por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	4.7526	1	4.7526	47526.00	0.0000
Intra grupos	0.0004	4	0.0001		
Total (Corr.)	4.753	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de C18:0 entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para C18:0 por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	3	3.83	X
ASCLr	3	5.61	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	-1.78	0.0226696

* indica una diferencia significativa.

Tabla ANOVA para C18:1 por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	12.7896	1	12.7896	127896.00	0.0000
Intra grupos	0.0004	4	0.0001		
Total (Corr.)	12.79	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de C18:1 entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para C18:1 por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLr	3	11.82	X
ASCLc	3	14.74	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	2.92	0.0226696

* indica una diferencia significativa.

Tabla ANOVA para C18:2 por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	211.345	1	211.345	2113453.50	0.0000
Intra grupos	0.0004	4	0.0001		
Total (Corr.)	211.346	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de C18:2 entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para C18:2 por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLr	3	61.35	X
ASCLc	3	73.22	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	11.87	0.0226696

* indica una diferencia significativa.

Anexo 6. Pruebas estadísticas en la determinación de perfil de ácidos grasos saturados e insaturados de ASCLc y ASCLr.

Tabla ANOVA para AG saturados por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	51.1584	1	51.1584	127896.00	0.0000
Intra grupos	0.0016	4	0.0004		
Total (Corr.)	51.16	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de AG saturados entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para AG saturados por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	3	8.71	X
ASCLr	3	14.55	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	-5.84	0.0453393

* indica una diferencia significativa.

Tabla ANOVA para AG insaturados por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	328.116	1	328.116	820290.38	0.0000
Intra grupos	0.0016	4	0.0004		
Total (Corr.)	328.118	5			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de AG insaturados entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para AG insaturados por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLr	3	73.17	X
ASCLc	3	87.96	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	14.79	0.0453393

* indica una diferencia significativa.

Anexo 7. Pruebas estadísticas en la determinación de perfil de viscosidad de ASCLc y ASCLr.

Tabla ANOVA para Viscosidad por aceite

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
Entre grupos	0.00431564	1	0.00431564	57146.81	0.0000
Intra grupos	0.00000438007	58	7.55185E-8		
Total (Corr.)	0.00432002	59			

El StatAdvisor

Puesto que el valor-P de la prueba-F es menor que 0.05, existe una diferencia estadísticamente significativa entre la media de Viscosidad entre un nivel de aceite y otro, con un nivel del 95.0% de confianza.

Pruebas de Múltiple Rangos para Viscosidad por aceite

Método: 95.0 porcentaje LSD

aceite	Casos	Media	Grupos Homogéneos
ASCLc	30	0.0449823	X
ASCLr	30	0.0619443	X

Contraste	Sig.	Diferencia	+/- Límites
ASCLc - ASCLr	*	-0.016962	0.000142032

* indica una diferencia significativa.