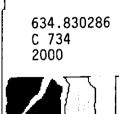


FONDO NACIONAL DE DESARROLLO TECNOLÓGICO Y PRODUCTIVO **PROYECTO FONTEC No.99-1668**

OBTENCIÓN DE
ANTIOXIDANTES
A PARTIR DE RESIDUOS
DE LA INDUSTRIA VITIVINÍCOLA,
CON USO POTENCIAL
EN LA
INDUSTRIA FITOTERAPÉUTICA

INFORME FINAL

COOPERATIVA VITIVINÍCOLA LOMAS DE CAUQUENES UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN



SEPTIEMBRE 2000

PRESENTACIÓN

En el último decenio, se constata que el país ha sabido entrentar con éxito el desafío impuesto por la política de apertura en los mercados internacionales, alcanzando un crecimiento y desarrollo económico sustentable, con un sector empresarial dinámico, innovador y capaz de adaptarse rápidamente a las señales del mercado.

Sin embargo, nuestra estrategia de desarrollo, fundada en el mayor esfuerzo exportador y en un esquema que principalmente hace uso de las ventajas comparativas que dan los recursos naturales y la abundancia relativa de la mano de obra, tenderá a agotarse rápidamente como consecuencia del propio progreso nacional. Por consiguiente, resulta determinante afrontar una segunda fase exportadora que debe estar caracterizada por la incorporación de un mayor valor agregado de inteligencia, conocimientos y tecnologías a nuestros productos, a fin de hacerlos más competitivos.

Para abordar el proceso de modernización y reconversión de la estructura productiva del país, reviste vital importancia el papel que cumplen las innovaciones tecnológicas, toda vez que ellas confieren sustentación real a la competitividad de nuestra oferta exportable. Para ello, el Gobierno ofrece instrumentos financieros que promueven e incentivan la innovación y el desarrollo tecnológico de las empresas productoras de bienes y servicios.

El Fondo Nacional de Desarrollo Tecnológico y Productivo FONTEC, organismo creado por CORFO, cuenta con los recursos necesarios para financiar Proyectos de Innovación Tecnológica, formulados por las empresas del sector privado nacional para la introducción o adaptación y desarrollo de productos, procesos o de equipos.

Las Líneas de financiamiento de este Fondo incluyen, además, el apoyo a la ejecución de proyectos de Inversión en Infraestructura Tecnológica y de Centros de Transferencia Tecnológica a objeto que las empresas dispongan de sus propias instalaciones de control de calidad y de investigación y desarrollo de nuevos productos o procesos.

De este modo se tiende a la incorporación del concepto "Empresa - País", en la comunidad nacional, donde no es sólo una empresa aislada la que compite con productos de calidad, sino que es la "Marca - País" la que se hace presente en los mercados internacionales.

El Proyecto que se presenta, constituye un valioso aporte al cumplimiento de los objetivos y metas anteriormente comentados.



ÍNDICE

Tema	Página
1. RESUMEN EJECUTIVO	1
2. EXPOSICIÓN DEL PROBLEMA	4
2.1. Motivos técnico-económicos que originaron el proyecto	4
2.2. Objetivos técnicos del proyecto	9
2.3. Tipo de innovación desarrollada	13
3. METODOLOGÍA Y PLAN DE TRABAJO	14
3.1. Metodología	14
3.2. Actividades desarrolladas	27
3.3. Carta Gantt	29
4. RESULTADOS	31
4.1. Caracterización de los efluentes generados por la empresa	31
4.2. Obtención de extractos a partir de las materias primas orujo, semillas y borras	39
4.3. Caracterización química de los extractos obtenidos	42
4.4. Operación piloto	57
4.5. Evaluación económica	63
5. IMPACTOS DEL PROYECTO	64
5.1. Impactos científico-tecnológicos	64
5.2. Impactos económico-sociales	68
5.3. Impactos ambientales	69
5.4. Implementación de los resultados	70
6. CONCLUSIONES	71
6.1. Generales	71
6.2. Ensayos a nivel de laboratorio	72
6.3. Ensayos a nivel piloto	73
Anexo 1. RESUMEN DE ACTIVIDADES DESARROLLADAS	A1-1
Anexo 2. RESUMEN DE GASTOS REALES	A2-1
Anexo 3. IMPLEMENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PROYECTO	A3-1



Proyecto FONTEC No.99-1668 OBTENCIÓN DE ANTIOXIDANTES A PARTIR DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA VITIVINÍCOLA, CON USO POTENCIAL EN LA INDUSTRIA FITOTERAPÉUTICA

1. RESUMEN EJECUTIVO

La Cooperativa Vitivinícola Lomas de Cauquenes, COVICA, es un pilar importante de la economía local. Se encuentra en funcionamiento desde 1940, alcanzando en la actualidad una capacidad anual de procesamiento de 18.000 toneladas de uva producida por sus cooperados, para la producción de más de 13.000.000 de litros de vino, que se comercializan en el mercado nacional e internacional, bajo marcas como Viña Lomas de Cauquenes, Las Lomas, Antu Mapu y Arena Negra. Asimismo, COVICA es una de las compañías nacionales precursoras de la producción de vino orgánico.

El nivel de producción de esta empresa vitivinícola trae aparejado también un alto nivel de producción de subproductos y residuos, a los cuales es necesario dar un destino adecuado, idealmente en la recuperación de productos de alto valor agregado, cosa que este proyecto ha demostrado posible.

Por otra parte, el comportamiento de los consumidores a nivel mundial ha experimentado un vuelco hacia lo natural, en desmedro de los productos sintéticos, especialmente en el campo de los alimentos y la medicina. El mercado mundial de los productos fitofarmacéuticos y nutracéuticos se encuentra en franca alza. Entre estos productos, algunos de los más exitosos son los antioxidantes obtenidos a partir de material vegetal, cuyo efecto protector del organismo frente a la acción de los radicales libres se traduce fundamentalmente en prevención de enfermedades degenerativas y del envejecimiento en general.

Una de las fuentes más importantes de antioxidantes la constituyen la uva y sus derivados como el vino, en los cuales están presentes muchas familias de compuestos polifenólicos, especialmente las procianidinas y los antocianos. En la actualidad, Chile importa la totalidad de los productos nutracéuticos antioxidantes que se consumen en el mercado interno. Se trata de productos obtenidos a partir de extractos de semilla de uva, que es la parte de la uva más rica en compuestos polifenólicos, según informan



diferentes investigadores. Sin embargo, la composición química de muchas especies de uva chilena, y de los vinos producidos a partir de ellas, presenta un mayor porcentaje de compuestos antioxidantes que sus homólogos originarios de otras localidades, lo que permitió suponer que en otros subproductos de la uva, en particular los residuos de la vinificación, dichos compuestos se encontrarían presentes en una composición tal que haría interesante su recuperación. El proyecto que se informa se originó en este concepto y tuvo por objeto desarrollar la tecnología de producción de extractos con capacidad antioxidante a partir de residuos de la industria vitivinícola, con el fin de en el futuro reemplazar las importaciones y de abarcar con un producto propio parte del mercado latinoamericano.

El proyecto se inició efectuando una caracterización de los efluentes de la planta vitivinícola Lomas de Cauquenes, para identificar aquellos subproductos con mayor potencial para la recuperación de los compuestos de interés.

Posteriormente, en el Laboratorio de Fitoquímica de la Facultad de Ciencias Naturales y Oceanográficas de la Universidad de Concepción, se desarrolló a nivel laboratorio la metodología de extracción para las materias primas seleccionadas, que fueron borras, semillas y orujos de distintas cepas de la uva procesada en la planta.

Para realizar el control de calidad se implementaron metodologías de análisis químico destinadas a evaluar el rendimiento y la selectividad de las extracciones, y la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos.

En las instalaciones de la Unidad de Desarrollo Tecnológico de la Universidad de Concepción se llevó a cabo el escalamiento a nivel semi-industrial de los resultados que a nivel laboratorio resultaron más promisorios, obteniéndose finalmente productos de calidad similar a los productos comerciales disponibles en el mercado.

Finalmente, el análisis de costos de la operación semi-industrial muestra que, contando con el equipamiento actualmente disponible, es posible producir extractos antioxidantes con un margen de beneficios superior a los 170 US\$/kg de producto, con un límite de producción de 1,5 toneladas anuales. Los resultados obtenidos indican, además, la conveniencia de realizar estudios más profundos respecto de la estabilidad de los extractos y del proceso de secado del extracto final, aspectos fundamentales en la calidad del producto terminado. La factibilidad y conveniencia de la implementación de una planta de producción de extractos antioxidantes no puede ser analizada en función



solamente de esta línea de producción. Una planta de extracción multipropósito, pensada en el seno de un plan de expansión de la industria nutracéutica nacional, constituye un concepto más eficiente, para el que sin duda este proyecto constituye una base.

Finalmente, el proyecto que se informa constituye la puerta de entrada para otras líneas de investigación, en particular aquéllas relativas a la investigación clínica del efecto de los antioxidantes en el organismo, al hacer disponible el material para la realización de ensayos. Esto posiciona a las instituciones ejecutoras del proyecto en una base excepcionalmente favorable para alcanzar el liderazgo latinoamericano tanto a nivel científico como productivo.



Figura 1.1. Vista de los viñedos en la ciudad de Cauquenes, en terrenos adyacentes a la planta vitivinícola Lomas de Cauquenes.

Preparado por UDT

3



2. EXPOSICIÓN DEL PROBLEMA

2.1. Motivos técnico-económicos que originaron el proyecto

Las uvas representan la mayor cosecha de frutas del mundo, con una superficie plantada de aproximadamente 8 millones de hectáreas y con una producción anual de 300 millones de hectólitros de vino, 7 millones de toneladas de uvas de mesa y 1 millón de toneladas de pasas¹. En general, el vino es el principal producto del cultivo de la uva. Sin embargo, según las técnicas de transformación utilizadas, se puede obtener una variada gama de productos.

En Chile, el crecimiento del rubro vitivinícola ha sido evidente en los últimos años, alcanzando más de 135 mil hectáreas plantadas en 1998. La evolución de la producción de derivados de la uva en el país se sumariza en la tabla siguiente:

Tabla 2.1: Evolución de la superficie de vides y producción chilena

Años	Superficie de vides (ha) (viníferas, de mesa y pisqueras)	Producción de vinos (miles de litros) (viníferas y de mesa)	Producción pisquera (miles de litros)
1989	118.486	-	-
1990	119.926	-	-
1991	120.173	282,239	73.102
1992	120.741	316.535	95.024
1993	119.751	330.246	108,278
1994	111,512	359.838	121.622
1995	113.579	316.737	129.598
1996	116.164	382.369	143,592
1997	123.200	430.758	131.769
1998	135.770	526.550	159.502
1999	-	428.015	157.595

Fuente: "Cifras de la agricultura", Oficina de Estudios y Políticas Agrarias (ODEPA), Ministerio de Agricultura.

¹ Yi, O., Meyer, A. S. y E. N. Frankel, J. Am. Oil Chem. Soc., <u>74</u>, 1301 (1997)



Las cifras entregadas muestran la dependencia de la producción del sector vinífero con respecto a factores climáticos: por ejemplo, el brusco descenso de la producción entre 1998 y 1999, debido a la sequía de 1998. Sin embargo, se observa un aumento sostenido en la producción tanto de vino como de pisco, superior al aumento en la superficie de vides, lo que indica una conversión en la dedicación del sector desde la producción de fruta a la producción vinífera.

La variedad de uva más utilizada en el proceso de vinificación es la uva chilena o país. Esta variedad fue la primera cepa plantada para la obtención de vinos sacramentales después de la llegada de los españoles a América. En Chile, se propagó en las regiones VI y VII. Debido a su gran resistencia a condiciones adversas y a enfermedades (como Oidium y Botritis), esta uva se conserva bien después de cosechada. Actualmente existen alrededor de 15 mil hectáreas plantadas con esta variedad.

Durante el proceso de vinificación, la uva es fermentada bajo condiciones físicas, químicas y biológicas que se determinan de acuerdo con el vino que se desea obtener. En una etapa previa a la fermentación, la uva es prensada, con el fin de extraer los mostos. Además de los mostos, se obtiene un residuo sólido que representa un 20% del peso total de la uva procesada y que está compuesto de orujos en un 9%, semillas en un 6% y raspones en un 5%. El último Catastro Vitícola Nacional, entregado por el Servicio Agrícola y Ganadero (SAG), Departamento de Protección Agrícola, Subdepartamento de Viñas y Vinos, indica que en 1997 se produjeron en Chile aproximadamente 119 mil toneladas de residuos de la industria vitivinícola incluyendo, además de los residuos sólidos del prensado, las borras obtenidas por precipitación durante la vinificación. Además, los efluentes líquidos generados durante el proceso tienen una alta concentración de material sólido disuelto, especialmente orujos y pepas. Esto, unido a las cifras de la Tabla 2.1, que muestran el crecimiento sostenido de la superficie de vides y la mayor dedicación de la cosecha de frutas a la producción vinífera, permite predecir el consiguiente aumento proporcional del volumen de residuos de la vinificación que se destinarán a ser absorbidos por cuerpos receptores o que deberán pasar por algunas etapas de tratamiento antes de su disposición final. En el caso específico de la Cooperativa Vitivinícola Lomas de Cauquenes, la producción de residuos supera las 150 toneladas anuales. Previo a la ejecución de este proyecto, dichos residuos se desechaban en su mayoría al campo para su descomposición.

Preparado por UDT

5



Un estudio de la Organización Mundial de la Salud² ha demostrado que la ocurrencia de enfermedades cardiacas es menor en Francia que en otros países, a pesar de que los factores de riesgo son altos (consumo de grasas saturadas, nivel de colesterol, presión arterial, índice de masa corporal, tabaquismo y sedentarismo). La razón podría estar en otro hábito alimenticio de los franceses: el consumo regular de vino. Este hecho, conocido como "la paradoja francesa", ha motivado muchas investigaciones, a fin de determinar si este efecto está relacionado con los compuestos fenólicos presentes en el vino.

Muchas enfermedades crónicas, como el cáncer y la arteriosclerosis, y otras patologías, como la trombosis, las cataratas y las retinopatías diabéticas, tienen entre sus causales más importantes el daño oxidativo inherente a la actividad metabólica del cuerpo, que se hace importante cuando se rompe el equilibrio de prooxidantes, antioxidantes y grasas en el organismo. Se ha propuesto que los compuestos antioxidantes cumplen un papel protector del organismo frente al daño oxidativo. La hipótesis más aceptada en torno a los mecanismos de protección es la prevención de la acción de los radicales libres en el sistema vascular y la inhibición de la acción de las enzimas que degradan el colágeno; sin embargo, esto no se encuentra aún completamente demostrado. En la actualidad, debido principalmente a las alteraciones que ha sufrido la alimentación humana, se ha hecho cada vez más importante la suplementación de la dieta con complejos antioxidantes, entre otros productos nutracéuticos, mercado que ha sido eficazmente abordado por las industrias europea y norteamericana. Entre los agentes antioxidantes naturales, por su alta capacidad antioxidante, se han comercializado mayoritariamente a nivel mundial los compuestos de tipo polifenólico, en particular los flavonoides, que presentan una altísima ocurrencia en las distintas partes de la uva, sobre todo en la uva chilena, y en sus subproductos.

La variedad de polifenoles presente en la uva y sus derivados es amplia, como se presenta en el diagrama de la página siguiente.

Entre los compuestos señalados, aquéllos que presentan mayor capacidad antioxidante son los flavonoides en general, aunque las procianidinas y el ácido cafeico también poseen esta característica en un grado interesante. Por otra parte, entre los flavonoides, la obtención de antocianinas es especialmente atractiva, por tratarse de pigmentos, que encuentran un mercado propio en la industria cosmética y de alimentos, especialmente.

² Renaud, S. y M. de Lorgeril, *Lancet*, <u>339</u>, 1523 (1992)



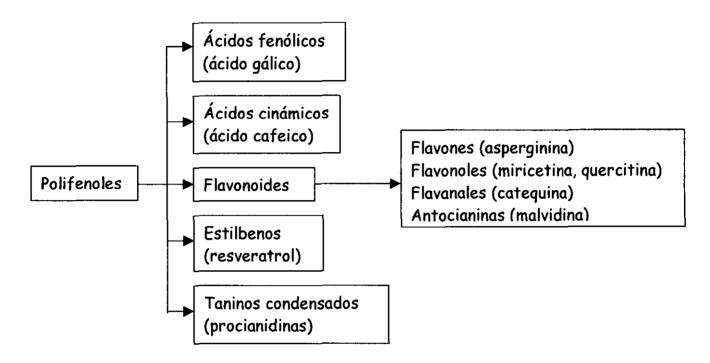


Figura 2.1: Diferentes tipos de polifenoles presentes en la uva y sus derivados.

A nivel mundial, se han realizado numerosos estudios con el fin de identificar y cuantificar los compuestos antioxidantes presentes en diferentes clases de uva. En relación con el vino chileno, estudios europeos han revelado que los vinos chilenos cabernet sauvignon, merlot y pinot noir contienen una mayor concentración de flavonoides que sus contrapartes de otras localizaciones geográficas. Sin embargo, a pesar de que nuestro país es uno de los principales productores de vino, al inicio de este proyecto no se habían realizado estudios concretos con el fin de extraer los compuestos con acción antioxidante en los vinos elaborados a partir de cepas chilenas.

En la actualidad existen en el mercado numerosos productos antioxidantes elaborados a partir de extractos naturales. Entre ellos se encuentran los productos elaborados en base a extractos de semillas de uva. En Chile, el 100% de estos productos se obtienen a partir de extractos importados de Italia, Alemania y Estados Unidos.

El proyecto que se informa consistió en el desarrollo de la tecnología de elaboración de extractos antioxidantes a partir de subproductos del proceso de vinificación. Las



fuentes de antioxidantes en la industria vitivinícola se esquematizan en el diagrama siguiente:

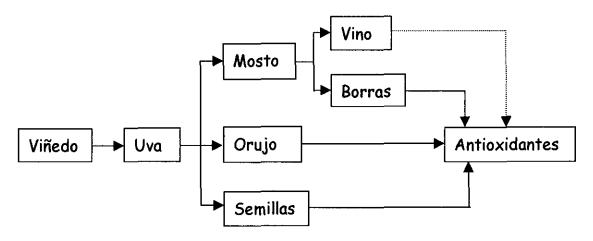


Figura 2.2: Fuentes de antioxidantes en la industria vitivinícola

Se investigaron como materias primas los subproductos borras, orujo y semillas.

En general, las cantidades de conpuestos fenólicos presentes en el vino y los otros subproductos de la uva pueden variar considerablemente según la cepa, los factores ambientales del viñedo, el riego, la luminosidad, el uso de fertilizantes, la ocurrencia de hongos, las técnicas de vinificación, etc., lo que pone de manifiesto la importancia del desarrollo de técnicas analíticas que permitan la cuantificación del contenido de dichos compuestos en las distintas etapas del procesamiento y la determinación de propiedades relevantes en los extractos obtenidos a partir de las distintas materias primas.

Por otra parte, la capacidad antioxidante de los polifenoles se relaciona con su estructura química, por lo tanto puede verse aumentada o disminuida en presencia de condensación con moléculas de glucosa o azúcares en general, o de polimerización entre los distintos compuestos puros. Esto, en algunos casos, podría incluso dificultar los procedimientos de extracción, además de modificar la forma en que actúan en el organismo después de la ingesta. Se hace necesaria, entonces, la identificación de los compuestos presentes en un determinado sustrato con el fin de determinar con exactitud su naturaleza química.



2.2. Objetivos técnicos del proyecto

Objetivo general

Desarrollar las bases científicas y tecnológicas que permitan la producción de extractos, con actividad antioxidante, a partir de residuos de la industria vitivinícola.

Objetivos específicos

- 1. Implementación de metodologías de obtención de extractos flavonoides, a partir de borras de vino producido a partir de uva de las variedades cabernet, país orgánico y tintorera, a escala de laboratorio.
- 2. Estudio de alternativas para la recuperación de material suspendido y/o disuelto en los efluentes líquidos producidos durante el proceso de vinificación.
- 3. Implementación de metodologías de procesamiento de orujos y pepas de uva de las variedades cabernet, país orgánico y tintorera, a escala de laboratorio, para la obtención de extractos flavonoides.
- 4. Implementación de metodologías de análisis de las materias primas, productos intermedios y extractos finales.
- 5. Determinación experimental de los principales parámetros para la obtención de un extracto final estandarizado de antioxidantes.
- 6. Desarrollo de una tecnología de obtención y producción de extracto de antioxidantes de uva.
- 7. Estudio de aplicaciones masivas de los extractos de uvas, en especial como materia prima para resinas poliméricas o antioxidantes industriales.
- 8. Evaluación técnico-económica de la extracción y comercialización de compuestos antioxidantes a partir de residuos de la industria vitivinícola.



Nota: Los objetivos específicos 1 y 3 fueron ampliados en el curso de la investigación realizada, con el fin de abarcar uvas de otras variedades: chardonnay, merlot, cabernet orgánico, etc.



Figura 2.3. Racimos de uva de tres de las cepas estudiadas en este proyecto: cabernet sauvignon, merlot y chardonnay (en el orden mencionado)

Preparado por UDT

10



Beneficios esperados

- 1. Se conocerá la naturaleza química y, en especial, las propiedades antioxidantes de extractos obtenidos a partir de desechos vitivinícolas de la viña Lomas de Cauquenes.
- 2. La empresa dispondrá de la tecnología necesaria para la extracción de compuestos flavonoides a partir de los subproductos del proceso de vinificación.
- 3. Se conocerán las características químicas de los efluentes líquidos producidos por la empresa y se contará con una alternativa para utilizar sus sólidos suspendidos o disueltos.
- 4. Se dispondrá de extactos en cantidades suficientes como para realizar ensayos de aplicación y/o el envío de muestras representativas a eventuales clientes nacionales o internacionales.
- 5. Se sentarán las bases científicas, tecnológicas, logísticas y de mercado, para implementar una producción industrial de agentes antioxidantes a partir de subproductos de la fabricación de vino.

Resultados esperados

- 1. Informe de los parámetros de extracción de compuestos con actividad antioxidante, a partir de la materia prima seleccionada.
- 2. Informe respecto de las características de los efluentes líquidos producidos durante el proceso de vinificación y análisis de las alternativas tecnológicas para su tratamiento.
- 3. Estudio de mercado de los productos antioxidantes con fines fitoterapéuticos.
- 4. Evaluación técnica y económica de la extracción de subproductos generados en la elaboración del vino.



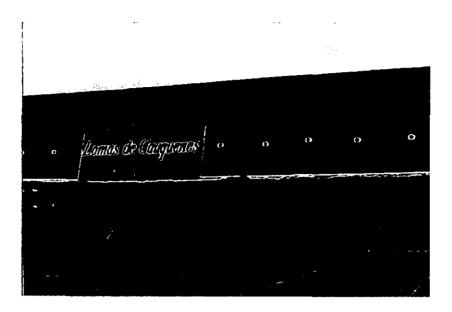




Figura 2.4. Vistas de la planta vitivinícola Lomas de Cauquenes



2.3. Tipo de innovación desarrollada

Este proyecto consistió en el desarrollo de la tecnología para la producción de extractos antioxidantes a partir de subproductos del proceso de vinificación.

Los extractos antioxidantes comerciales son obtenidos generalmente a partir de uvas u otro material vegetal, cultivado especialmente para ese propósito. El uso de residuos como materias primas del proceso productivo propuesto representa una fuerte innovación tanto para el sector vitivinícola como para el sector fitofarmacéutico.

Se buscó la obtención de un producto de características químicas y de calidad equivalentes o superiores a los productos comerciales. Para ello se implementaron los métodos de análisis necesarios para determinar la presencia y contenido de los compuesto de interés, y para determinar su eficacia mediante procedimientos químicos de cuantificación de capacidad antioxidante.

Se desarrollaron a nivel de laboratorio los procedimientos de extracción de compuestos antioxidantes a partir de las materias primas disponibles: borras, orujos y semillas. Los resultados obtenidos de borras fueron económicamente poco convenientes, mientras que la extracción de orujos y semillas resultó promisoria. Se realizó el escalamiento a nivel piloto de las tecnologías de extracción de estas materias primas.

Se enviaron muestra de producto a potenciales clientes nacionales, con el fin de evaluar su aceptación. Se realizaron investigaciones de mercado para determinar el tamaño del mercado que se podría abarcar con un producto propio. Se determinó la factibilidad técnico-económica de la producción industrial de antioxidantes a partir de las materias primas seleccionadas mediante la tecnología desarrollada y se calcularon los parámetros económicos relevantes.



3. METODOLOGÍA Y PLAN DE TRABAJO

3.1. Metodología

3.1.1. Caracterización de los efluentes sólidos, líquidos y gaseosos de la planta vitivinícola

Al iniciarse esta etapa, se definió el diagrama de flujo del proceso de vinificación, realizando el balance de materia y la identificación de los requerimientos materiales y energéticos del proceso, con el objetivo principal de estimar el volumen de residuos y caracterizarlos in situ, identificando las etapas críticas en su generación. Con este fin se efectuaron entrevistas con el personal de la planta, se recopilaron los datos históricos disponibles, se tomaron muestras en terreno y se determinaron algunos parámetros característicos. Puesto que el período de ejecución del proyecto abarcó desde el final de un período de vendimia hasta varios meses después de la finalización de la vendimia siguiente, muchos de los datos recopilados en la primera etapa fueron corroborados durante la segunda vendimia, previo al inicio de la operación piloto.

Se definieron alternativas para la gestión de los residuos sólidos y líquidos de la planta.

Se realizaron ensayos con los efluentes líquidos de la planta, con el fin de determinar la factibilidad de recuperar parte del material sólido suspendido para posteriormente purificar los compuestos de interés.

3.1.2. Obtención de extactos a escala de laboratorio

Los solventes utilizados para la extracción de polifenoles destinados al consumo humano son básicamente tres: SO_2 , agua y etanol, los que poseen diferentes características y entregan distintos rendimientos y selectividades.

El uso de SO_2 presenta algunas ventajas, como la protección y estabilización de las antocianinas. Además, mejora los rendimientos de la extracción, es adecuado para la industria alimenticia y su precio es moderado. Sin embargo, es corrosivo, sobre todo en caliente, y se dificulta su eliminación del producto final.



El agua extrae pocas antocianinas, extrae azúcares (lo que no es deseable) y a temperaturas elevadas $(60 - 70 \, ^{\circ}C)$ induce la oxidación de algunos compuestos, lo que disminuye el poder antioxidante del producto final. Las ventajas obvias del uso del agua como solvente son su precio, su disponibilidad y la facilidad de su manejo.

El etanol tiene la ventaja de extraer compuestos más puros, puesto que muchos polímeros no son extraídos por este solvente. Sin embargo, su recuperación a nivel industrial puede presentar algunas complicaciones, por la inflamabilidad de este material.

Con estos antecedentes, se decidió descartar el uso de SO_2 y utilizar para la extracción de polifenoles a partir de desechos de uva una mezcla etanol-agua, que posee la ventaja principal de extraer un espectro amplio de los compuestos de interés, lo que se considera beneficioso en este caso en que el principal objetivo es la obtención de un extracto de alta capacidad antioxidante, más que un extracto enriquecido en una familia de compuestos en particular.

Durante esta etapa se desarrolló la tecnología de extracción de los diferentes subrpoductos sólidos: borras, orujos y semillas. Se empleó extracción Soxhlet hasta agotamiento, determinando los principales parámetros de la operación de extracción para cada uno de los casos. Se estudiaron algunos tratamientos previos de la materia prima, por ejemplo: separación de orujos y semillas, molienda de las semillas y secado del material. También se estudió la influencia de la concentración de solvente (etanol) en agua, del tiempo de extracción y de la temperatura de proceso.

Los resultados de la extracción fueron evaluados en función del rendimiento de ésta, de manera de descartar en esta etapa temprana las materias primas que ofrecieran poco interés. Se propusieron alternativas de uso y/o tratamiento para dichos materiales.

La materia prima fue proporcionada por la viña Lomas de Cauquenes.



3.1.3. Caracterización de los extractos

Se implementaron distintas técnicas de análisis para determinar la composición de los extractos obtenidos. En primer lugar, se consideraron técnicas destinadas a determinar el contenido de compuestos fenólicos en los extractos; es decir, a cuantificar la selectividad de la extracción con respecto a la familia de compuestos de interés. Posteriormente se implementaron metodologías para la determinación de la capacidad antioxidante de los extractos; vale decir, la cuantificación de la calidad del extracto obtenido. Se implementaron también técnicas de HPLC y otras técnicas cromatográficas para la determinación de algunos compuestos de interés particular. Las metodologías analíticas implementadas se detallan en el punto siguiente.

Los ensayos realizados se compararon con extractos comerciales.



Figura 3.1. Parte de la implementación computacional del Laboratorio de Fitoquímica de la Universidad de Concepción



3.1.4. Implementación de metodologías de análisis químico

El procedimiento analítico utilizado se diagrama a continuación, y se detalla en los párrafos que siguen.

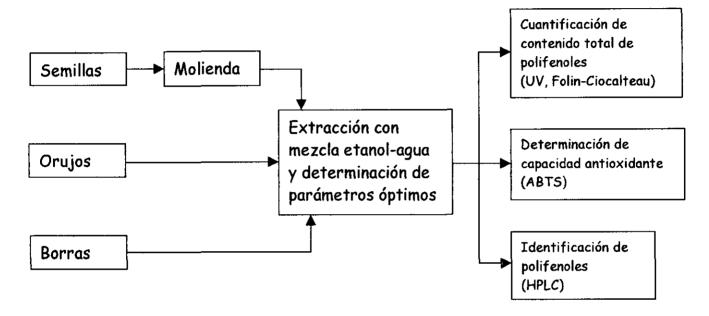


Figura 3.2: Procedimiento analítico utilizado

Los diferentes métodos químicos implementados se utilizaron para obtener indicadores de la calidad de las extracciones que se llevaron a cabo, a saber, rendimiento, selectividad y capacidad antioxidante, y para la determinación de la presencia de algunos compuestos en particular.

a) Rendimiento

El rendimiento de las extracciones se obtuvo simplemente concentrando a sequedad los extractos obtenidos y determinando el porcentaje de sólidos con respecto a la materia prima procesada, que se informó en base seca y/o en base húmeda, para lo cual se realizaron también determinaciones de la humedad inicial de las distintas materias primas.



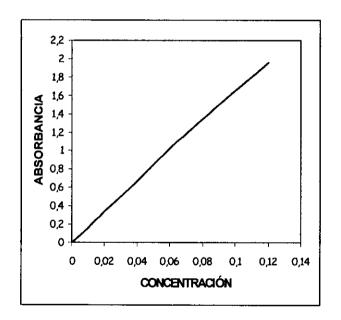
b) Selectividad

En este caso, la selectividad de las extracciones representa el porcentaje de principios activos en los extractos obtenidos; es decir, el contenido de compuestos fenólicos en el extracto. Este parámetro fue determinado mediante dos metodologías, que se describen a continuación.

b.1) Determinación de fenoles totales

Se realizó mediante espectroscopía UV por densitometría óptica a 280 nm. El estándar utilizado fue una cápsula del producto comercial Juvenit, que contiene 50 mg de procianidinas, disuelta en metanol. Se prepararon soluciones de diferentes concentraciones, obteniéndose las siguientes absorbancias:

Concentración [mg/ml]	Absorbancia
0,00	0,000
0,01	0,161
0,02	0,338
0,04	0,670
0,06	1,021
0,08	1,343
0,12	1,961



Preparado por UDT

18



b.2) Determinación del índice de Folin-Ciocalteau (IFC)

Se implementó el método de determinación de polifenoles basado en el índice de Folin-Ciocalteau (IFC)³, que consiste en la oxidación de compuestos fenólicos en presencia de una mezcla de ácidos fosfotungsténico ($H_3PW_{12}O_{10}$) y fosfomolíbdico ($H_3PM_{012}O_{40}$). Estos ácidos se reducen formando óxidos de tungsteno (W_8O_{23}) y molibdeno (M_0O_{23}), cuya absorción máxima se logra a los 765 nm. A partir del valor de la absorbancia a 765 nm se calculan los EAG (equivalentes de ácido gálico, en mg/l), según la curva de calibración. El IFC se calcula en base a los datos de absorción y dilución de la muestra.

El hecho de que los resultados del análisis se informen en unidades EAG puede inducir a error, puesto que estas unidades normalmente se utilizan como una medida de capacidad antioxidante. Sin embargo, un análisis de los fundamentos de la prueba muestra que en realidad ésta consiste en una reacción de óxido-reducción que se lleva a cabo hasta completarse. Los resultados que se obtienen son un indicador de la cantidad de compuestos fenólicos que se oxidan al reaccionar con los ácidos mencionados. Esta prueba no determina directamente el potencial antioxidante de la muestra analizada. Aunque es común encontrar en la bibliografía revisada investigaciones que suponen una relación directa entre contenido de compuestos fenólicos y capacidad antioxidante, esto no es efectivo, puesto que los polifenoles pueden hallarse por ejemplo polimerizados o condensados con azúcares, en cuyo caso su capacidad antioxidante es diferente al caso en que se encuentra el compuesto original.

A continuación se detalla el procedimiento experimental.

Reactivos

- Ácido gálico, solución stock. Pesar 0,5 g de ácido gálico seco, disolver en 10 ml de etanol. Aforar a 100 ml con agua.
- Carbonato de sodio al 20 %. Pesar 200 g de Na₂CO₃ anhidro, y disolver en 800 ml de agua destilada hirviendo. Enfriar a temperatura ambiente, cristalizar con unos cristales de Na₂CO₃. Después de 24 hrs filtrar en papel y aforar a 1000 ml con agua destilada.
- Reactivo Folin-Ciocalteau.

³ Bordeu, E. y J. Scarpa, "Análisis químico del vino", Ediciones Universidad Católica de Chile, Santiago (1998)



- Agua destilada.

Procedimiento

- Preparar por duplicado cada muestra , agregando:

 $50~\mu L$ de muestra 3,95~mL de agua destilada $250~\mu L$ ml de Folin- Ciocalteau. $750~\mu L$ de carbonato de sodio al 20 %

- Agitar, dejar reposar 30 min a 20 °C.
- Leer absorbancia a 765 nm.
- Calcular el índice como IFC = A * F *20

La curva de calibración a 765 nm queda definida por los valores presentados en la siguiente tabla.

Estándares	Concentración de ácido gálico (mg/ml)	Absorbancia
1	0,000	0,000
2	50,00	0,053
3	100,0	0,111
4	150,0	0,167
5	250,0	0,267
6	500,0	0,527



c) Determinación de compuestos polifenólicos

En una primera etapa del proyecto se intentaron diversas metodologías de separación de los compuestos polifenólicos presentes en los extractos obtenidos: cromatografía en capa fina (poliamida), cromatografía en columna, cromatografía en papel, extracción con solventes (hexano, cloroformo, acetato de etilo, butanol). La identificación de polifenoles se llevó a cabo mediante análisis espectral UV, análisis cromatográfico HPLC y cromatografía en capa fina.

Para la implementación completa del análisis cromatográfico HPLC fue necesario realizar la obtención de los estándares para distintos compuestos, desarrollar los métodos de preparación de muestras, determinar los solventes, flujos y gradientes, y seleccionar la columna apropiada.

Se optimizó el procedimiento definiendo los dos tipos de análisis que se describen a continuación:

Análisis I: Perfil cromatográfico total

La muestras de extractos se leyeron en HPLC con un programa destinado a detectar las siguientes familias de compuestos presentes en las semillas de uva:

- Procianidinas
- Ácidos fenólicos
- Flavonas y flavonoles
- Antocianinas

Procedimiento

Se utilizó un HPLC Shimadzu serie LC-10ATvp, con controlador de sistema SCL-10Avp, detector con arreglo de diodos SPD-M10Avp, y un horno para controlador de temperatura Schimadzu CTO-10A.

La columna usada fue RP-18.

Como fase móvil se usaron los siguientes solventes: metanol, agua y ácido fórmico, con un programa de gradientes. El flujo fue 0,9 ml/min. La temperatura del horno se fijó en 32°C.



Para la detección de los diferentes compuestos se abrieron 4 canales: 280, 320, 355 y 525 nm

Los extractos se diluyeron en metanol y después de su inyección fueron filtrados a través de filtros de membrana 0,22 µm. El volumen de inyección fue 20 µl.

Análisis II: Detección de procianidinas

Debido a que el estudio del perfil cromatográfico total indicó que la familia de compuestos polifenólicos que se encuentra presente mayoritariamente en las materia primas analizadas son las procianidinas, se implementó este método especialmente para su identificación.

Procedimiento

Como fase móvil se usó agua y ácido acético, con un programa de gradientes. El flujo fue 0.8 ml/min.

La longitud de onda para la detección de procianidinas es 280 nm. Se abrió un segundo canal a 313 nm para la detección de ácidos fenólicos, que también absorben a 280 nm.

Los extractos se diluyeron en aqua y después de su inyección fueron filtrados a través de filtros de membrana 0,22 µm. El volumen de invección fue 20 µl.



Figura 3.3. Espectrógrafo gas-masa disponible en el Laboratorio de Fitoquímica de la Universidad de Concepción



d) Capacidad antioxidante

En la bibliografía especializada^{4,5,6,7}, la capacidad antioxidante de algún sustrato en estudio se informa a través de una unidad estandarizada conocida como TRAP (Total Reactive Antioxidant Potential). TRAP entrega una medida de la capacidad del sustrato de atrapar radicales libres, lo que está en relación con su acción antioxidante, así como con el mecanismo propuesto para la acción protectora de los antioxidantes sobre el organismo humano.

Existen diferentes metodologías para evaluar el TRAP de un determinado sustrato. Una de las más utilizadas es la medición de la capacidad del material estudiado para reaccionar con cationes derivados del reactivo ABTS (ácido 2,2'-azino-bis-3-etilbenzatiazolin sulfónico). Un análisis de los procedimientos informados en bibliografía para la implementación del llamado "método ABTS" permite observar que los resultados incluyen información acerca de la reacción que se completa entre los compuestos polifenólicos y el reactivo ABTS, y por lo tanto permite efectuar una cuantificación del contenido total de fenoles en la muestra analizada; pero, a la vez, entrega información acerca de la velocidad de dicha reacción. Ésta constituye una medida de la capacidad del sustrato para reaccionar y, por lo tanto, de su capacidad antioxidante.

Reactivos:

- Dióxido de manganeso, MnO₂
- ABTS, PM: 548,48 g/mol
- Buffer fosfato pH 7, 0.1 M. Es importante que el buffer sea 0.1 M, para que soporte el cambio de pH de la reacción.

Procedimiento:

Pesar aprox. 10 mg. de ABTS.

⁴ Campos, A. M., Escobar, J. y E. A. Lissi, *J. Braz. Chem. Soc.*, <u>7</u>(1), 43-49 (1996)

⁵ Romay, Ch., del Castillo, M. C., Pascual, C., Campos, A. M., Escobar, J. y E. A. Lissi, *Ciência e Cultura Journal of the Brazilian Association for the Advancement of Science*, 48(1/2), 86-95 (1996)

⁶ Romay, C., Pascual, C. y E. A. Lissi, *Brazilian Journal of Medical and Biological Research*, <u>29</u>, 175-183 (1996)

⁷ Campodónico, P., Barbieri, E., Pizarro, M., Sotomayor, C. P. y E. A. Lissi, *Bol. Soc. Chil. Quím.*, <u>43</u>, 281-285 (1998)



- Agregar 5 g de MnO₂.
- Enrasar a 50 mL con buffer fosfato pH 7, 0,1 M.
- Filtrar. Mantener la solución refrigerada.
- La absorbancia debe llegar a 0.5 0.7 nm (Para saber cuanto ABTS quedó sin transformar a radical, debe leerse la absorbancia a 340 nm)
- Leer la absorbancia a 734 nm
- Habiendo alcanzado 0.5 0.7 nm, poner en la cubeta 2,980 ml
- Anotar la absorbancia leída (0.5 0.7) y agregar 20 μL de muestra o patrón.
 Empezar a leer la absorbancia a 734 nm después de los 10 segundos de agregar la muestra y registrar cada 10 seg.

Soluciones usadas

TROLOX Solución patrón: 2,5 mg/ml (PM: 250,29 g/mol)1 mM ó 1000 uM

Curva de calibración

Se prepararon las siguientes soluciones:

Concentración (mg/ml)	Concentración (uM)
0,01	4
0,10	40
0,25	100
0,375	150
0,50	200
1,0	400

Trolox (uM)	△ Absorbancia	Estimación 1	Pendiente 1	Pendiente 2	Estimación 2
0	0	0	0,001694934	0,001727854	0
1		0,001694934			0,0017279
2		0,003389867			0,0034557
30	0,057	0,050848007			0,0518357
60	0,11	0,101696013			0,1036717
100	0,173	0,169493355			0,1727854
200	0,342	0,338986711			0,3455708



3.1.5. Obtención de extractos a escala semi-industrial

Esta etapa del proyecto tuvo por objetivo la implementación a escala piloto del proceso de producción de extractos antioxidantes a partir de las materias primas más promisorias entre las estudiadas. Se estudiaron en particular aspectos como el transporte y almacenamiento de la materia prima, las características fluido-dinámicas del sistema dadas por el estado de agregación del material procesado, el proceso de secado de los extractos y la recuperación de solvente.

Dado que la tecnología de extracción es un resultado del proyecto que se informa, la metodología con que se llevó a cabo el procesamiento del material vegetal se presenta en detalle en el capítulo correspondiente a resultados.

Los resultados de la extracción fueron valorados mediante las técnicas analíticas implementadas, con el objeto de determinar la reproducibilidad a escala semi-industrial de los resultados de laboratorio.



Figura 3.4. Unidad de Desarrollo Tecnológico de la Universidad de Concepción, en donde se llevaron a cabo los ensayos de extracción a nivel piloto



3.1.6. Estudio de factibilidad técnico-económica de la producción semi-industrial de extractos

En esta etapa se obtuvieron datos de mercado que permiten definir un volumen de mercado abordable con el producto propio y una estrategia de desarrollo posterior que potencie la participación chilena en el mercado de los productos fitofarmacológicos antioxidantes.

A partir de los datos de mercado y de los costos determinados para la operación piloto, se calcularon los parámetros económicos relevantes para la obtención de extractos antioxidantes a partir de desechos de la vinificación, a nivel industrial.



Figura 3.5. Envases y cápsulas de uno de los productos antioxidantes disponibles en el mercado nacional



3.2. Actividades desarrolladas

3.2.1. Caracterización y recolección de materia prima

- Obtención de información básica del proceso en etapa de vendimia.
- Identificación de los efluentes sólidos, líquidos y gaseosos de la planta vitivinícola.
- Definición de un diagrama de proceso de la planta vitivinícola.
- Recopilación de datos históricos de producción.
- Recolección de muestras de efluentes sólidos y líquidos, y mediciones in situ.
- Caracterización cualitativa de los efluentes líquidos y proposición de alternativas de tratamiento y uso.

3.2.2. Obtención de extractos a nivel laboratorio

- Desarrollo de la metodología de obtención de extractos, a partir de semillas, orujos y borras.
- Obtención de un extracto de referencia a partir de un producto comercial.
- Cuantificación del rendimiento de las extracciones (material extraíble).
- Determinación de la influencia de algunas variables de operación (temperatura y concentración de solvente) en los resultados obtenidos.

3.2.3. Caracterización de los extractos

- Implementación de la metodología UV para la determinación del contenido total de compuestos fenólicos en los extractos.
- Implementación de la metodología de Folin-Ciocalteau para la determinación del contenido total de compuestos fenólicos en los extractos.
- Determinación del contenido de fenoles totales en los extractos de semillas, orujos y borras obtenidos a nivel de laboratorio.
- Implementación de la metodología HPLC para la identificación y cuantificación de los compuestos presentes en los extractos.
- Identificación de compuestos fenólicos individuales por HPLC.
- Implementación de la metodología ABTS para la determinación de capacidad antioxidante de los extractos.
- Determinación de la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos a nivel de laboratorio.



- Ensayos de estabilidad de los extractos en distintas condiciones de luz, temperatura y pH.

3.2.4. Proceso piloto

- Definir proceso de pre-acondicionamiento de las materias primas (secado, molienda).
- Definir procedimiento de transporte de las materias primas desde la planta vitivinícola hasta la planta de extracción.
- Puesta en marcha del proceso semi-industrial de extracción.
- Ensayos de extracción a nivel semi-industrial.
- Ensayos de recuperación de solvente.
- Ensayos de secado de los extractos obtenidos.
- Caracterización química de los extractos obtenidos.

3.2.5. Análisis de factibilidad técnico-económica

- Obtención de datos de mercado para los productos nutracéuticos antioxidantes.
- Cálculo de costos de la operación semi-industrial.
- Cálculo de parámetros económicos relevantes de la producción semi-industrial de extractos antioxidantes.
- Estudio de alternativas técnicas y económicas para los productos obtenidos.



3.3. Carta Gantt

Se presenta a continuación el diagrama de actividades efectivo mediante el cual se llevaron a cabo las diferentes actividades del proyecto.

				19	99		•	2000									
Actividad	W	J	J	Α	S	0	N	D	Ε	F	W	A	M	J	J	Α	
1. Caract. y recolección de materia prima	+-				<u> </u>	_					-						
1.1. Obtención inf. básica del proceso	X	Х				T^-				 					-		
1.2. Ident. efluentes sólidos, líq. y gaseosos	X	Х									_						
1.3. Defn. diagrama de proceso		X	Х														
1.4. Recopilac. datos históricos de producción	X																
1.5. Recolección muestras in situ	X					T		 		X	X						
1.6. Caract. efl. líq., alternativas de tratamiento y uso	X						<u> </u>	ļ			X	Х					
2. Obtención extractos a nivel laboratorio																	
2.1. Des. metod. obtención extractos		X	X	X													
2.2. Obtención extracto de referencia prod. comercial				Х	X												
2.3. Cuantif. rend, extracciones				X													
2.4. Det. influencia var. operación				X	X	X	ļ				ļ.,						
3. Caracterización extractos			-							ļ							
3.1. Implementac. metod. UV					X	X	X	<u> </u>			<u> </u>					<u> </u>	
3.2. Implementac. metod. Folin						X	X	X	X								
3.3. Det. cont. fenoles totales en extractos	Ī					X	X	X									
3.4. Implementac, metod. HPLC						X	Х					X	Х	X			
3.5. Ident. comp. por HPLC													X	Х	Х		
3.6. Implementac. metod. ABTS						T^-				X	X	X					
3.7. Det. capac. antioxidante extractos	1							<u> </u>			X	X	ļ				
3.8. Ensayos estabilidad		ļ				ļ							X	X		_	
4. Proceso piloto											_						
4.1. Def. proceso pre-acondic. materias primas									X	X							
4.2. Def. transporte mat. primas					T					X							
4.3. Puesta en marcha extracción semi-industrial			-				1	X	X	X							
4.4. Ensayos extracción nivel semi-industrial								<u> </u>			X	X	X	X			
4.5. Ensayos recuperación solvente						\top					X	X	X	Х			
4.6. Ensayos secado extractos	\top		1			T		<u> </u>				X	X	X	X	T	
4.7. Caract, química extractos	1			İ		T^{-}	1			1	 	X	Х	Х	Х	†	

COVICA - UDT



5. Análisis factibilidad técnico-económica										
5.1. Obtención datos de mercado	X						X	X	X	
5.2. Cálculo costos de operación semi-industrial								Х	X	
5.3. Cálculo parám. económicos relevantes									X	Γ
5.4. Estudio alternativas técnicas y económicas						ľ		Х	Х	Х



4. RESULTADOS

4.1. Caracterización de los efluentes generados por la empresa

4.1.1. Diagrama de planta de la Viña Lomas de Cauquenes

En la página siguiente se presenta el diagrama de la planta vitivinícola de la Viña Lomas de Cauquenes.

En dicho diagrama se ha utilizado la siguiente nomenclatura:

1 : romana

2 : pozos de recepción de uva y despalilladora

3 : cubas de fermentación

4 : prensas de tornillo

5 : prensas neumáticas

6 : filtro de tierra

7 : cubas de mezcla y guarda

8 : zona de lavado de envases (botellas y garrafas)

9 : zona de envasado (garrafas, botellas y TetraPak^{MR})

10 : bodega de productos terminados

11 : filtro de telas

12 : filtro de vacío

13 : laboratorio

14 : bodega

15 : taller mecánico

16 : estangues de agua para riego

17 : oficinas de gerencia y administración

18 : casino 19 : portería

20 : estanque de almacenamiento de agua para proceso

21 : cámara de evacuación de aguas (lavado cubas, pisos, filtro de vacío, prensas, pozos, laboratorio)

22 : cámara de evacuación de aguas (lavado cubas, envases, pisos, filtro de tierra)

23 : cámara de evacuación de aguas (lavado cubas, pisos, aguas lluvias)

24 : cámara del efluente general

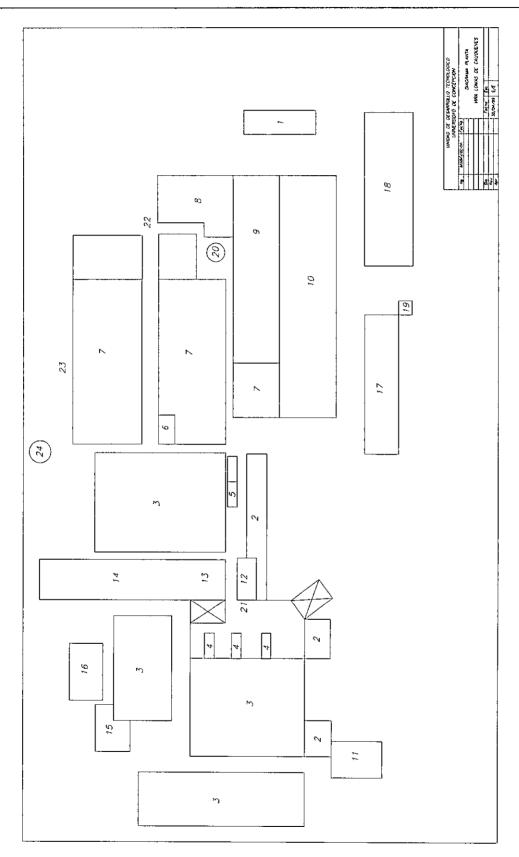


Figura 4.1: Diagrama de planta de la Viña Lomas de Cauquenes

Preparado por UDT

32



4.1.2. Diagrama de flujo del proceso de vinificación

Se presenta a continuación el diagrama de flujo definido para el proceso de vinificación que se encuentra implementado en la planta de la Viña Lomas de Cauquenes, en el cual se identifican los puntos del proceso en que se obtienen los subproductos de interés para este proyecto.

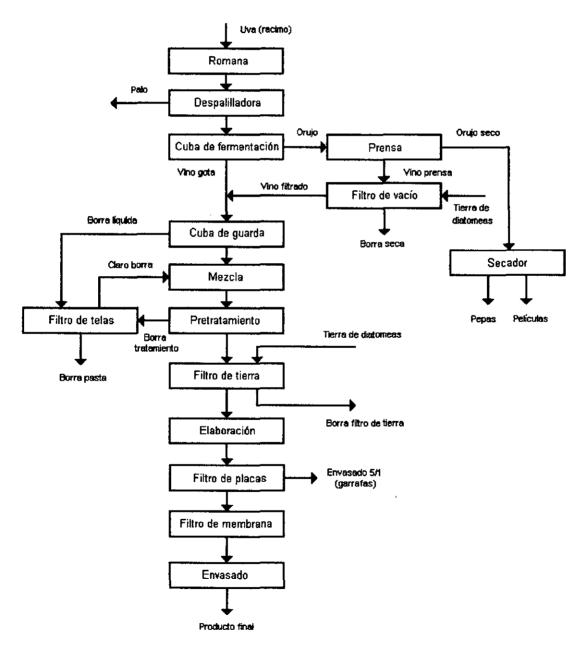


Figura 4.2: Diagrama de flujo del proceso de vinificación

Preparado por UDT

33



Descripción del proceso

Recepción y preparación de la uva:

La uva proveniente del campo es transportada en camiones a la planta. Al llegar, son pesados en una romana que registra el peso de entrada y salida del camión, el lugar de origen, la variedad, el propietario de la uva y otros datos de importancia administrativa. Se toma una muestra del contenido del camión y se realiza un análisis del grado alcohólico, el que influye en el valor comercial de la uva y la calidad del vino que se puede producir. Una vez pesado el camión es conducido a un patio y, dependiendo de la variedad de la uva, son vaciados a uno u otro pozo de descarga. Los racimos de uva son conducidos, a través de un tornillo alimentador, a una máquina despalilladora, la que tiene como función separar el palo de la uva. La uva es impulsada por una bomba a las cubas a través de un sistema de manqueras flexibles.

Fermentación en cubas:

Dependiendo del tipo de vino que se desea producir, la etapa de fermentación se realiza en las cubas con o sin la presencia del orujo. Usualmente los vinos tintos se fermentan con el orujo y por lo general los vinos blancos sin la presencia de este elemento. La mezcla de orujo y mosto reposa en las cubas hasta lograr una densidad determinada, momento en el cual se escurre el mosto hacia otra cuba denominada cuba de guarda, en la que se termina el proceso de fermentación. El orujo es prensado y, en esta operación, se extrae un producto de menor calidad denominado vino de prensa, el que es llevado a otra cuba diferente. En este punto, el orujo prensado está listo para ser sometido a un proceso de extracción de sus constituyentes polifenólicos. La totalidad del vino prensa y un porcentaje del resto son llevados a un filtro de vacío, el que elimina un alto porcentaje de las partículas sólidas que posee el vino. En esta etapa, producto del reposo, se produce una decantación dentro de las cubas. El producto más denso es denominado borra líquida y llevado a un filtro de telas, desde donde se obtiene un producto denominado claro de borra y un desecho llamado borra pasta.

Elaboración:

Antes de ser enviado a la etapa de elaboración propiamente tal, el vino bruto (mosto fermentado) de diferentes calidades es mezclado, con la finalidad de obtener un producto con las cualidades deseadas. Existe un tratamiento previo, que consiste en



agregar al vino una mezcla de bentonita y gelatinas especiales, las cuales arrastran hacia el fondo de la cuba el material particulado, produciéndose una borra, denominada de tratamiento, la que es llevada al filtro de telas. Todo el vino que se envía a elaboración pasa a través de un filtro de tierra, el que elimina otro porcentaje de los sólidos que contiene el vino. En la etapa de elaboración, propiamente tal, se agregan al vino diferentes aditivos con la finalidad de evitar la degradación ya sea pro microorganismos o por compuestos químicos, por ejemplo, fierro.

Envasado:

Luego de la estabilización, el vino es filtrado nuevamente en un filtro de placas y uno de membranas, para ser finalmente envasado en botellas de diferentes capacidades, garrafas, o en cajas de tipo $\mathsf{TetraPak}^\mathsf{TM}$. Los envases de vidrio pasan por una etapa previa de lavado externo e interno con soda cáustica y un posterior enjuaque con aqua.

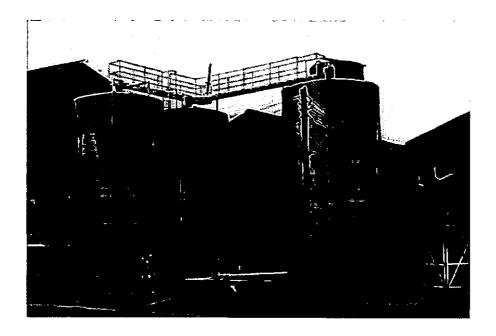


Figura 4.3. Cubas de fermentación en la planta vitivinícola Lomas de Cauquenes

Preparado por UDT

35



4.1.3. Generación de residuos

No existen en la empresa datos históricos acerca de la generación de residuos; por lo tanto, las estimaciones que se presentan en los párrafos siguientes fueron hechas sobre la base de la información obtenida acerca del proceso y su balance de materia, la que se complementó con mediciones en terreno.

Residuos sólidos

Se generan residuos sólidos en las etapas de despalillado de la uva, prensado del orujo, filtrado del mosto de uva, filtrado del vino, prensado de las borras líquidas (del proceso de guarda o reposo del vino). También se genera un subproducto denominado tártaro (costra formada en el interior de las cubas).

Una estimación del volumen de residuos sólidos generado se presenta en la Tabla 4.1.

La Viña Lomas de Cauquenes procesa anualmente un promedio de 18.000 toneladas de uva. Esta cifra indica que anualmente se dispone de, por ejemplo, más de 2 toneladas de orujo seco (consistente en semillas y películas) para procesar.

Tabla 4.1: Estimación de los residuos sólidos generados en el proceso de vinificación

		■ · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		
Residuo 1	Cantidad	Destino ² Nivelación terreno		
Palo del racimo	30 [kg/ton uva procesada]			
Orujo seco	120 [kg/ton uva procesada]	A.T.E. Chile S.A.		
Borra sólida	28 [kg/ton uva procesada]	Terreno adyacente		
Borra pasta	10 [kg/ton uva procesada]	Lobos y Cía. Ltda.		
Tártaro	0,5 [kg/ton uva procesada]	Raab Rochette		
Borra filtro de tierra	no determinado	Efluente general		

Estimación a partir de la recepción de uva de los años 1998 y 1999, considerando la estacionalidad de la operación de la planta.

Los valores alternativos de los residuos que son vendidos a otras empresas son:

- El orujo seco se vende a 4 \$/kg, lo que genera ingresos por sobre \$8.000.000 en un año normal.

² En Abril de 1999.



- La borra pasta se vende a 10 \$/kg, lo que genera ingresos por casi \$2.000.000 en un año normal.
- El tártaro se vende a 410 \$/kg, para la manufactura de ácido tartárico. Este residuo no tiene potencial para la recuperación de compuestos antioxidantes.

Las unidades de proceso críticas en la generación de residuos sólidos, tanto desde el punto de vista ambiental como de la calidad del producto principal de la planta, son:

- Filtro de vacío: de la calidad de la operación depende, en gran medida, la cantidad de partículas sólidas residuales que contenga el producto final y la carga operativa de las operaciones de filtrado posteriores. El subproducto que se genera en esta etapa es la borra sólida o borra seca, que es vendida a terceros, por lo que la cantidad y calidad que se obtienen son relevantes.
- Prensado del orujo: por su gran volumen, existen dificultades en el manejo de los residuos sólidos que se generan.

Residuos líquidos

Provienen principalmente del lavado de las cubas y los envases de vidrio. Contienen un porcentaje elevado de soda cáustica y ácido sulfúrico, así como también de material particulado e inorgánico.

La estimación del volumen de residuos líquidos de la planta vitivinícola se presenta en la Tabla 4.2.

Estos efluentes líquidos no presentan potencial para la recuperación de los productos de interés. En algunos casos, como en los lavados del filtro de vacío, de prensas, del filtro de tierra y del filtro de telas, debido a la baja concentración del material orgánico. En otros casos, como en el lavado de cubas, botellas y garrafas, debido a la presencia de soda cáustica, ácido sulfúrico y otros materiales inorgánicos que podrían ser perjudiciales para la ingesta humana y que podrían pasar a los extractos durante el procesamiento.

Los lavados son, en general, determinantes de la calidad del producto final, ya que de ellos depende la higiene del proceso. Además, tienen una alta incidencia en la generación de los residuos líquidos de la vinificación y en los impactos ambientales de ésta, debido a las variaciones de pH, cantidad de materia orgánica y sólidos suspendidos que presentan.



Tabla 4.2: Estimación de los residuos líquidos generados en el proceso de vinificación

Residuos	Cantid	Destino		
	Caudal	Volumen diario		
Lavado de cubas	4,5 (50 min) 2 [m ³ /h]	30 [m³/día]	Efluente general	
Lavado de filtro de vacío	6,8 (90 min) ² [m ³ /h]	20 [m³/día]	Efluente general	
Lavado prensas	6,8 (30 min) ² [m ³ /h]	4 [m³/día]	Efluente general	
Lavado filtro de tierra	11,2 (25 min) 2 [m ³ /h]	5 [m³/día]	Efluente general	
Lavado botellas de vidrio	5,8 [m³/h]	30 [m³/día]	Efluente general	
Lavado de garrafas	5,5 [m ³ /h]	30 [m³/día]	Efluente general	
Lavado filtro de telas	no determinado	no determinado	no determinado	
Consumo doméstico	0,5 [m ³ /h]	3 [m³/día]	Efluente general	
Aguas Iluvias			Efluente general	
Total 3		≈ 122 [m³/día]		

Durante la época de vendimia

Residuos gaseosos

Son mínimos y esporádicos.

Preparado por UDT

38

² (xxx min) indica la duración en minutos de la operación, cada vez que se efectúa

³ Existe una cantidad de residuos por lavado de pisos y otras estructuras que no fue posible cuantificar



4.2. Obtención de extractos a partir de las materias primas orujo, semillas y borras

La siguiente figura muestra semillas molidas de la cepa país. Estas semillas fueron obtenidas a partir de la mezcla de orujos y semillas que se encuentra mezclada con el vino en el proceso de fermentación y que se separa de éste por prensado una vez que la fermentación se completa, y fue una de las materias primas que se estudió en esta etapa del proyecto.

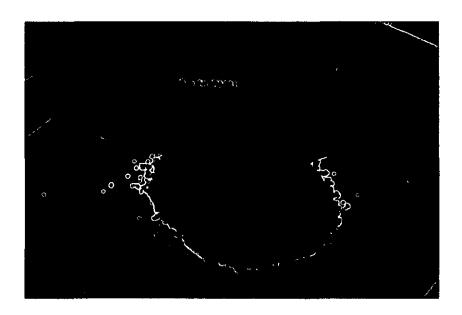


Figura 4.4. Semillas molidas de la cepa país normal

Se realizaron extracciones Soxhlet, en las condiciones que se indican en las tablas siguientes, en donde se presentan los resultados obtenidos a partir de los experimentos de extracción realizados.

Como variables independientes se estudiaron la concentración de solvente, el tiempo de extracción y la temperatura de extracción. La respuesta medida fue el contenido de fenoles totales del extracto.



Tabla 4.3: Resultados de la extracción de semillas y orujos

Temperatura de operación (°C)	Tiempo óptimo de extracción observado (min)	Contenido de fenoles totales (mg/l)	Dilución óptima de solvente en agua (%)
50	30 - 45	650 - 900	20
70	60	5850 - 6700	30
85	60 - 90	11500	40 - 60

Tabla 4.4: Resultados de la extracción de borras

Temperatura de operación (°C)	Tiempo óptimo de extracción observado (min)	Contenido de fenoles totales (mg/l)	Dilución óptima de solvente en agua (%)
50	60	2500 - 3200	no se observa dependencia
70	60	3300 - 4000	no se observa dependencia
85	60	5000 - 6350	40 - 60

Se observa que la temperatura tiene un efecto positivo en los resultados de la extracción.

Como se esperaba, se observa que la mezcla etanol-agua maximiza el rendimiento de los compuestos de interés, al tener una selectividad amplia que abarca prácticamente todas las fracciones de compuestos polifenólicos.

El contenido de los compuestos de interés en los extractos de borras es menos dependiente de la temperatura de operación que en los extractos de semillas y orujos; sin embargo, el rendimiento máximo que es posible alcanzar es inferior en el caso de las borras.

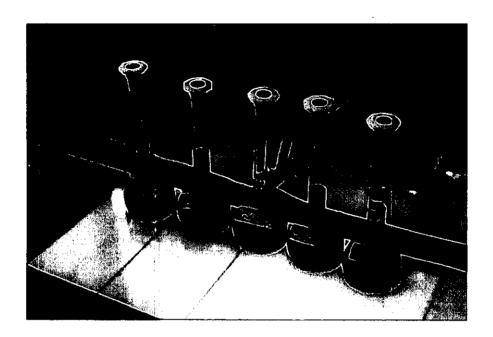


Figura 4.5. Extractos obtenidos a nivel de laboratorio a partir de las materias primas país normal, merlot normal, merlot orgánico, país orgánico y cabernet (en el orden mencionado)

Preparado por UDT

41



4.3. Caracterización química de los extractos obtenidos

4.3.1. Rendimiento

Se presentan en la Tabla 4.5 los rendimientos obtenidos para la extracción de los compuestos de interés en las distintas materias primas estudiadas.

Tabla 4.5: Cuantificación del material extraíble en los subproductos estudiados

Materia prima	Material extraído (%)
Semillas y orujos, cepa país	6,6
Semillas y orujos, cepa merlot	7,5
Semillas y orujos, cepa cabernet	7,5
Semillas y orujos, cepa país orgánico	8,9
Semillas y orujos, cepa chardonnay	9,6
Borras, 60% humedad	17,2 (base seca)
	6,9 (base húmeda)

Se observa que los rendimientos son similares para la extracción de semillas y orujos de las distintas cepas estudiadas, e incluso para las borras. Sin embargo, los procedimientos de extracción requieren que la humedad de las borras sea eliminada, lo que hace que el potencial de esta materia prima sea inferior al de los otros materiales estudiados.

4.3.2. Selectividad

a) Determinación de fenoles totales por espectroscopía UV

Los resultados se presentan en la Tabla 4.6.

En ellos se observa que, si bien los rendimientos en la extracción son comparables, la cepa de uva blanca estudiada (chardonnay) presenta un contenido mucho menor de los compuestos fenólicos de interés, por lo tanto queda en desventaja frente a las otras materias primas estudiadas.



Tabla 4.6: Contenido de compuestos fenólicos en los subproductos estudiados según espectroscopía UV

Materia prima	Fenoles totales (% en el extracto)
Semillas y orujos, cepa país	7,51
Semillas y orujos, cepa merlot	8,12
Semillas y orujos, cepa cabernet	9,12
Semillas y orujos, cepa país orgánico	8,24
Semillas y orujos, cepa chardonnay	3,32
Borras	10,93

Es relevante señalar que se utilizó como estándar el producto Vitis Vinífera, de Laboratorios Arama. Por lo tanto, esta cuantificación de los compuestos no es completamente objetiva, sino que simplemente muestra cuánto se asemeja la distribución de compuestos a aquéllos presentes en el estándar; por lo tanto, estos resultados deben ser complementados con el IFC y los resultados del análisis de HPLC.

b) Índice de Folin-Ciocalteau

La siguiente tabla muestra el IFC obtenido para extractos de los distintos sustratos que se indican.

Tabla 4.7: Contenido de compuestos fenólicos en los subproductos estudiados según IFC

Materia prima	IFC (mg/g de material inicial)		
Semillas cepa país	11,44		
Semillas cepa merlot	29,92		
Semillas cepa cabernet	17,52		
Semillas cepa país orgánico	39,52		
Semillas chardonnay	4,04		
Orujo	104,4		
Borras	65,4		

En este ensayo se separaron las semillas del orujo. Las semillas se sometieron a molienda para favorecer la transferencia de masa hacia la fase fluida. Se encontró que la fracción más interesante se encuentra en éste.



La cepa de uva blanca (chardonnay) tampoco entrega resultados atractivos según esta metodología, por lo que después de estos ensayos se descarto el seguir realizando ensayos a partir de ella.

Además el IFC de las borras es más interesante que el de las semillas de las distintas cepas, aunque inferior al del orujo. Esto no contradice los resultados obtenidos mediante espectroscopía con el producto comercial como estándar, aunque en este caso las diferencias observadas para las distintas materias primas aparentan ser mucho mayores, incluso para las semillas de distintas cepas, lo que no se observó en los resultados obtenidos por espectroscopía. Se debe considerar que el método de Folin-Ciocalteau utiliza ácido gálico como estándar en la lectura de los espectros UV, por lo tanto esta prueba tampoco es conclusiva por sí sola.

4.3.3. Análisis cromatográfico

Se obtuvieron cromatogramas para las distintas materias primas a diferentes longitudes de onda, según los especificado en el detalle del procedimiento experimental, punto 3.1.4., letra c). En los cromatogramas, el área bajo la curva es proporcional al contenido de los compuestos que absorben a la longitud de onda en que se trabaja, por lo tanto es expedito realizar comparaciones entre uno y otro material.

Cabe señalar que el costo de este análisis es superior al de las técnicas informadas en el punto 4.3.2, además de requerir expertizaje de quienes realizan la prueba y de consumir una importante cantidad de tiempo en cada análisis. Por esto, este tipo de análisis no se utiliza como control de calidad de manera regular, y conviene encontrar la correlación entre estos resultados y aquéllos entregados por metodologías de menor y costo y ejecución más sencilla.

En la Figura 4.6 se presenta un cromatograma comparativo del contenido de compuestos fenólicos presentes en borras y orujo fresco (que contiene aproximadamente un 45% en peso de semillas). A manera de comparación, se incluye también el cromatograma de un vino tinto. Se observa que el contenido de los compuestos de interés en las borras es al menos tan apreciable como en el vino, pero que sin lugar a dudas el contenido de polifenoles en el orujo fresco es muchísimo mayor, de lo que se concluye que, de los materiales analizados, ésta es la materia prima con mejor potencial para intentar el escalamiento de los procesos realizados a nivel semi-industrial.



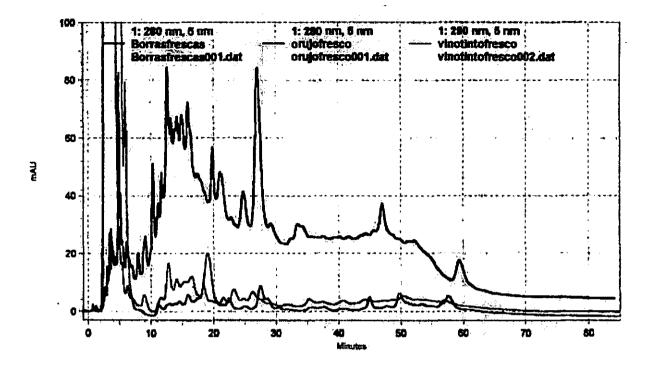


Figura 4.6: Comparación del contenido de polifenoles en borras, orujo fresco y vino tinto

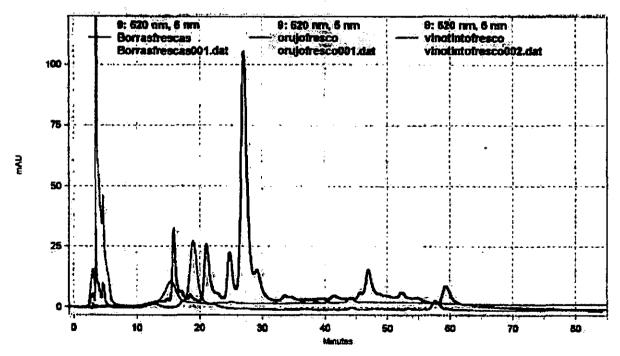


Figura 4.7: Comparación del contenido de compuestos antociánicos en borras, orujo fresco y vino tinto



COVICA - UDT

La Figura 4.7 es un cromatograma comparativo de los contenidos de compuestos antociánicos en borras, orujo fresco y vino.

Los compuestos antociánicos son pigmentos, que tienen uso en la industria cosmética y de alimentos. Como productos nutracéuticos, se ha informado su uso en terapéutico en el caso de retinopatías diabéticas. Como se observa en la Figura 4.7, aunque el orujo presente un mayor contenido de este tipo de compuestos, los contenidos presentes en borras y vino son del mismo orden de magnitud, lo que constituye un punto a favor de la recuperación de esta fracción de polifenoles a partir de las borras, como una forma de aprovechar también este material.

Finalmente, es necesario realizar una comparación, a este nivel, de los extractos propios con los compuestos importados que se comercializan en el país. En las páginas siguientes se presentan los perfiles cromatográficos a distintas longitudes de onda de los extractos obtenidos a partir de diferentes materias primas y de los dos productos antioxidantes disponibles en el mercado: Vitis Vinífera, de Laboratorio Arama, y Juvenit.

Todos los extractos presentan una gran cantidad de compuestos (en cada perfil cromatográfico, cada compuesto se manifiesta como una señal) y, de acuerdo con los análisis realizados y por comparación con muestras estándar, los principales antioxidantes presentes en semillas corresponden a categuinas y procianidinas (perfil cromatográfico a 280 nm). Otra familia de componentes importante es la de los ácidos fenólicos, que aparecen en los perfiles cromatográficos a 313 nm. Le siguen los flavonoles, cuyo perfil corresponde al cromatograma a 355 nm y, en menor concentración. las semillas presentan antocianinas, cuyas señales se pueden apreciar a 525 nm.

De acuerdo a los diferentes perfiles cromatográficos, podemos concluir que los dos productos que se encuentran en el mercado (Vitis Vinífera y Juvenit) tienen diferente composición de antioxidantes. Los 4 tipos de semillas estudiados presentan perfiles cromatográficos diferentes. Los extractos correspondientes a las semillas de cabernet muestran una mayor concentración de compuestos fenólicos y presentan un perfil cromatográfico muy similar al del producto comercializado por Laboratorio Arama; se observa que son muy similares en cuanto a los principales componentes. El extracto de país orgánico presenta un perfil cromatográfico similar en sus principales componentes a los extractos del producto comercial Juvenit. Los extractos de país normal presentan una menor cantidad de compuestos fenólicos, lo que concuerda con los resultados obtenidos en la determinación de capacidad antioxidante (que se informa en el acápite



siguiente). El extracto de la semilla de merlot, que posee una buena capacidad antioxidante es similar al producto comercializado por Laboratorio ARAMA, aunque la similitud es menor que para los extractos de cabernet (ver Figuras 4.8 a 4.13).

Finalmente, se debe puntualizar que los compuestos aislados e identificados mediante técnicas cromatográficas a partir de los extractos obtenidos de semillas y borras son: ácido gálico, catequina, epicatequina, rutina (1 y 2), resveratrol (cis y trans), miricetina, quercitina y camferol. No es posible, mediante la tecnología estudiada en este proyecto, obtener extractos enriquecidos en alguno de ellos mejorando la selectividad de la extracción. Sí es posible realizar purificaciones a partir de los extractos obtenidos, sobre todo para aquellos compuestos de uso comercial más masivo; sin embargo, la purificación o aislación de compuestos se realiza precisamente mediante las técnicas cromatográficas que se utilizaron en el análisis, lo que lleva el costo del proceso a niveles no sustentables. No es factible la producción de compuestos puros mediante las tecnologías industriales estudiadas en este proyecto.



Figura 4.8: Cromatogramas para extracto de semillas, cepa país

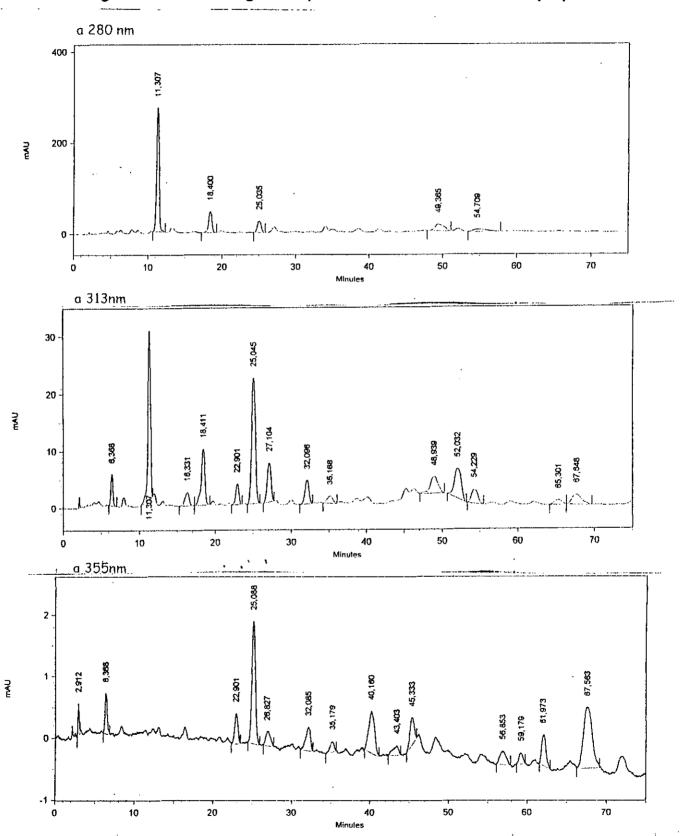




Figura 4.9: Cromatogramas para extracto de semillas, cepa merlot

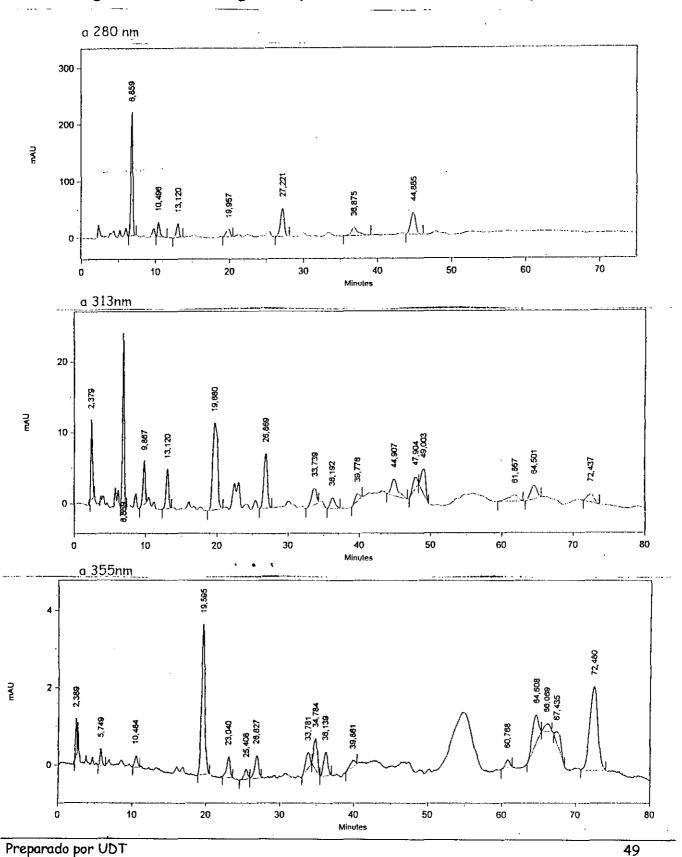




Figura 4.10: Cromatogramas para extracto de semillas, cepa cabernet

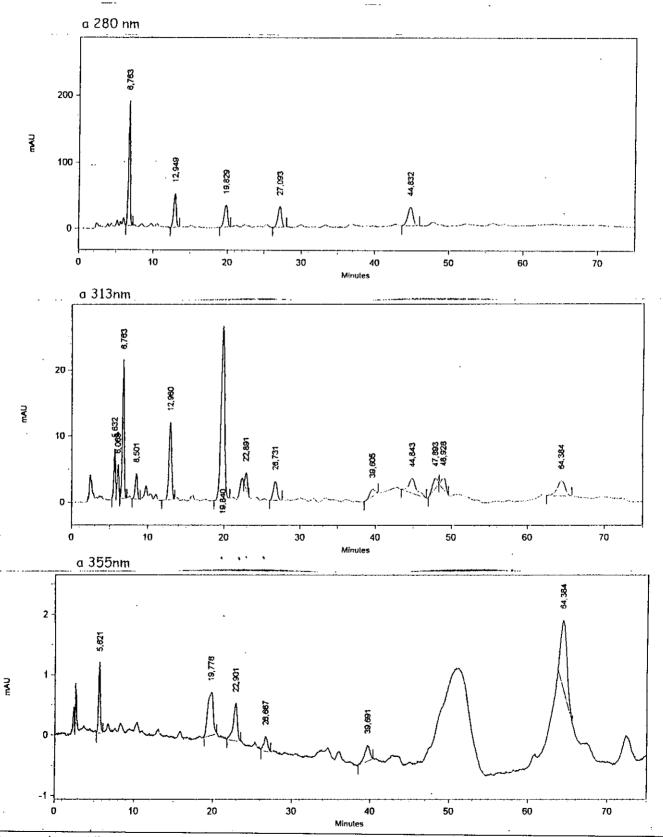




Figura 4.11: Cromatogramas para extracto de semillas, cepa país orgánico

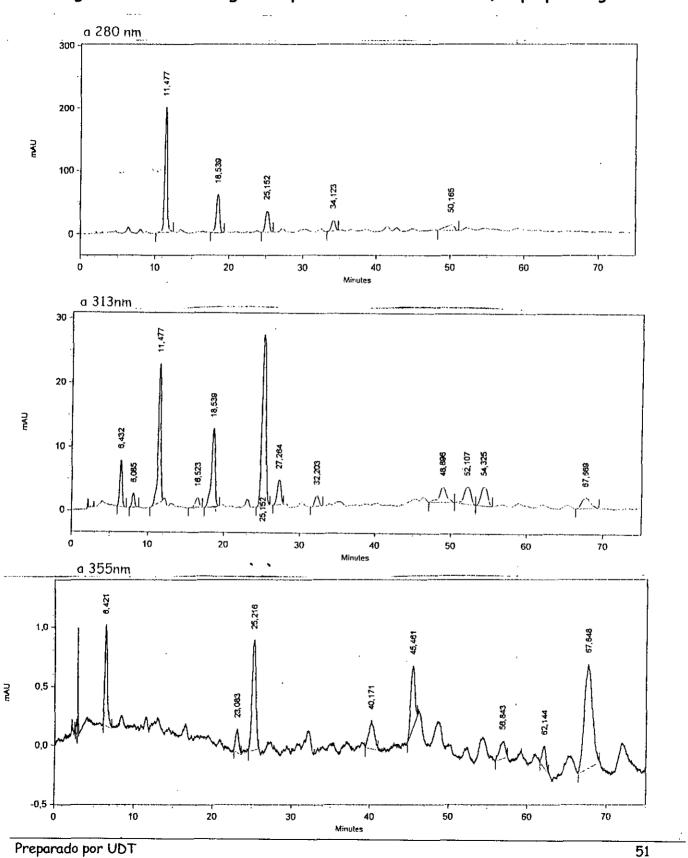




Figura 4.12: Cromatogramas para extracto de semillas, producto Vitis Vinífera

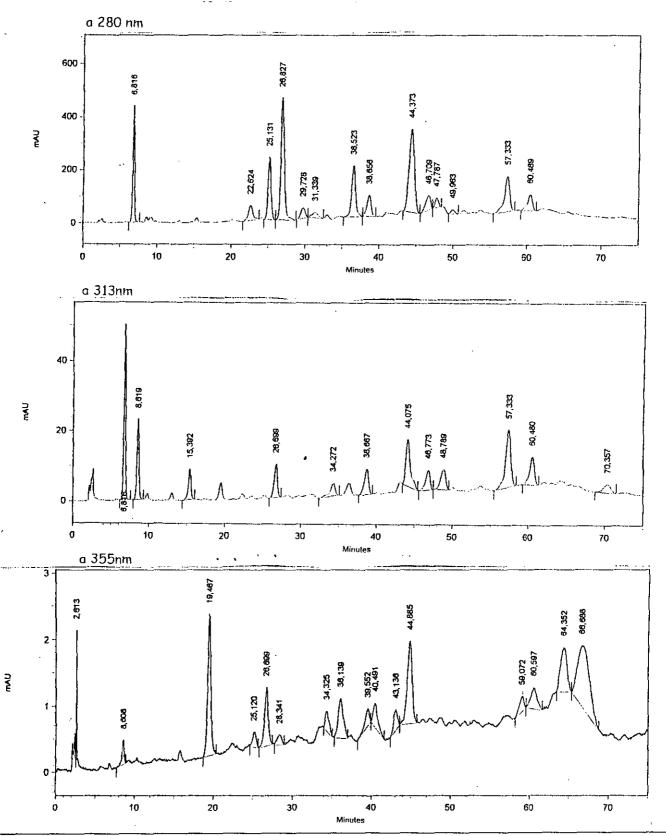
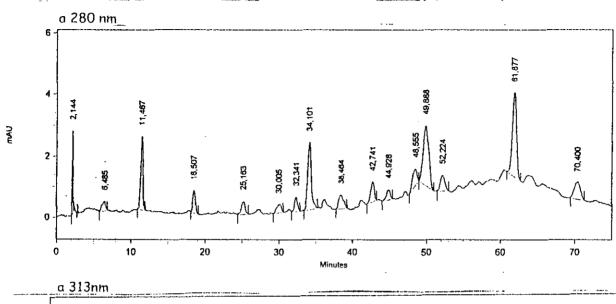
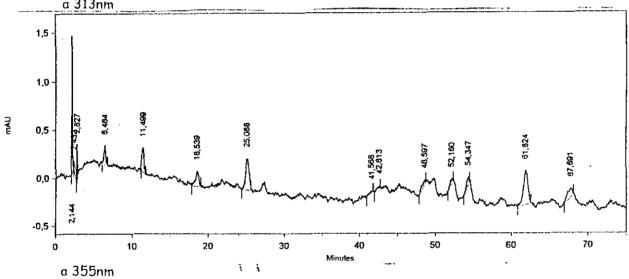




Figura 4.13: Cromatogramas para extracto de semillas, producto Juvenit





No se observan peaks relevantes a esta longitud de onda.

Preparado por UDT

53



4.3.4. Capacidad antioxidante

Una vez implementado el método ABTS, se realizó la comparación entre los productos comerciales y los extractos obtenidos en cuanto al parámetro TRAP que, como se indicó en la metodología experimental, corresponde a su potencial para reaccionar con el catión ABTS.

Los principales resultados se presentan en la siguiente tabla.

Tabla 4.8: Comparación de la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos con productos comerciales

Extracto	TRAPABTS (µM)
Juvenit	24,27
Vitis Vinífera Arama, muestra 1	39,82
Vitis Vinífera Arama, muestra 2	36,28
Extracto semillas, cepa merlot	39,38
Extracto semillas, cepa cabernet sin ajuste de pH	36,90
Extracto semillas, cepa cabernet a pH = 4	36,97
Extracto orujo cabernet, operación piloto, antes de concentrar	28,33
Extracto orujo cabernet, operación piloto, seco	20,80

De los valores entregados es posible extraer varias conclusiones.

En primer lugar, existe una enorme diferencia entre uno y otro de los productos disponibles en el mercado (siendo muy superior el Vitis Vinífera con respecto al Juvenit), e incluso entre muestras de un mismo producto. El único control de calidad establecido en los laboratorios que los comercializan es la determinación del contenido de fenoles totales por espectroscopía UV, utilizando como estándar un patrón del mismo producto. No se realiza determinación de capacidad antioxidante.

Los extractos de semilla obtenidos en este estudio presentan una capacidad antioxidante similar al extracto comercial de mejor calidad. El pH tiene poca influencia en la capacidad antioxidante de los extractos.

El procedimiento de secado empleado (evaporación del solvente a temperaturas mayores que la ambiente) tiene un efecto aniquilador sobre la capacidad antioxidante de los



extractos. Si bien el extracto húmedo obtenido en la operación piloto posee una capacidad antioxidante intermedia entre los extractos comerciales, ese mismo extracto una vez seco ha disminuido dramáticamente su TRAP. Esto se debe a la gran reactividad de los mismos compuestos de interés, de la cual derivan precisamente su acción benéfica sobre el organismo, al efecto oxidante del aire y a la temperatura, factores que aceleran la oxidación de los polifenoles, produciendo en algunos casos incluso caramelización. El estudio de tecnologías avanzadas de secado no fue parte de los alcances de este proyecto, si bien se espera que tecnologías como la liofilización (en la cual se minimizan los efectos de la temperatura) o el secado en atmósfera inerte (evita el efecto de la presencia de oxígeno) permitan mantener la capacidad antioxidante de los compuestos de interés durante la operación de secado.

4.3.5. Estabilidad de los extractos

Se estudió el efecto de las variables luz y temperatura en el parámetro IFC de algunas muestras de los extractos obtenidos, a través del tiempo.

El estudio consistió en exponer parte de las muestras a la luz solar durante el día y mantener otras muestras a una temperatura constante de 40°C. Parte de las muestras se mantuvo como control en refrigeración y en la oscuridad. Parte de los resultados obtenidos se presenta en la tabla que sigue.

Tabla 4.9: Variación del IFC para muestras expuestas a luz solar y a temperatura

	IF <i>C</i>			
Muestra	Día 1	Día 3	Día 7	
Extr. 31,5% sólidos, luz	6,74	6,69	8,49	
Extr. 31,5% sólidos, estufa	6,22	8,53	11,05	
Extr. 31,5% sólidos, refrigerado	6,05	6,23	7,84	
Extr. 41,2% sólidos, luz	7,97	7,00	9,76	
Extr. 41,2% sólidos, estufa	9,07	13,30	13,22	
Extr. 41,2% sólidos, refrigerado	7,57	7,97	10,16	

Los resultados que se obtuvieron no demuestran una tendencia clara. Se esperaba que la capacidad antioxidante de los extractos disminuyera al ser expuestos a factores como la temperatura y la luz, y los experimentos planificados sólo apuntaron a cuantificar esta disminución. No sólo no fue así, sino que la conducta observada es bastante errática.





Obtención de antioxidantes a partir de residuos de la indutria vitivinícola con uso potencial en la industria fitoterapéutica

COVICA - UDT

Existen otros factores, como la concentración y las condiciones, por ejemplo de pH, en que se realizó la extracción, que tienen influencia en la estabilidad de los extractos. Un estudio acabado de estabilidad abarca varios meses y estuvo fuera de los alcances de proyecto; sin embargo, es necesario llevarlo a cabo. Se espera que la formulación de los extractos antioxidantes con cierto tipo de portadores estabilicen sus características químicas en el tiempo; pero esto es materia de investigaciones futuras.

Preparado por UDT

56



4.4. Operación piloto

Antecedentes generales

Se programó la operación piloto en la planta de extracción disponible en la Unidad de Desarrollo Tecnológico (UDT) de la Universidad de Concepción, que se esquematiza en la Figura 4.14.

Según los resultados obtenidos a nivel de laboratorio (detallados en los puntos 4.2 y 4.3 del presente informe), la materia prima con mejor potencial para la extracción de los productos de interés es la mezcla fresca de orujos y semillas, de la cepa merlot, cabernet o país, indistintamente. El procesamiento en fresco maximiza los rendimientos y minimiza el problema de la descomposición del material debido a la fermentación y a la acción de hongos.

No se separaron las semillas del orujo antes de la extracción puesto que, al tratarse de material fresco, la dificultad mecánica de esta operación la hace poco atractiva. Por otra parte, el orujo presenta un contenido importante de polifenoles que también se recuperan.

Procesamiento

Condiciones de extracción:

Se utilizó como solvente una mezcla 50% en peso de etanol-agua, que es la composición óptima para la extracción definida a partir de los experimentos de laboratorio.

Debido a la diferencia en las características fluidodinámicas del sistema piloto con respecto al equipo de laboratorio, la extracción se efectuó a $50^{\circ}C$ en lugar de a una temperatura mayor.

Se programaron 3 etapas de extracción, que prolongaron por 1,5 h cada una.

Se utilizó el reactor E-201, con capacidad para 0,8 m3 de mezcla solvente-sólido, disponible en la Sala de Procesos de la UDT.



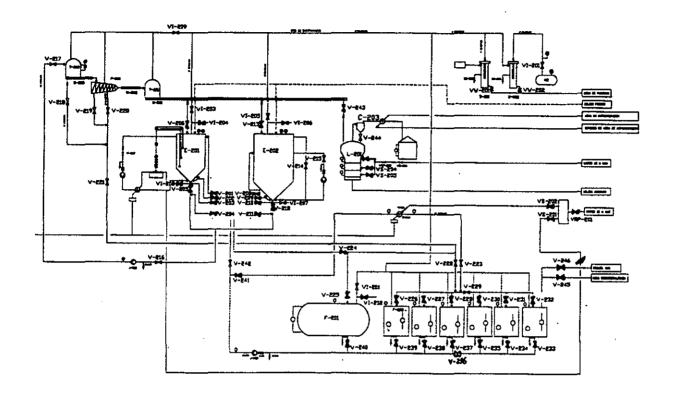


Figura 4.14: Diagrama de la planta de extracción UDT

Extracción:

Se cargó el material fresco al reactor, registrando sus características iniciales (peso, volumen).

La mezcla solvente se llevó a la temperatura de operación, para luego completar el volumen de operación del reactor con ella.

Se realizó la extracción con la mezcla solvente, tomando muestras del licor cada 20 minutos para realizar determinación del porcentaje de sólidos y observar el cambio en la coloración del licor.

Después de cada etapa de extracción, el licor se llevó a los estanques de almacenamiento de solvente, para la determinación de su volumen.

Fluidización:

Se realizó con el mismo licor de extracción.



Prensado:

Después de la tercera etapa de extracción, el sólido prensado se llevó directamente al stripper para su agotamiento.

Etapa stripper:

Después del agotamiento del sólido procesado, se determinó el peso del material sólido para la determinación de rendimientos.

Evaporación:

El licor proveniente de la etapa de prensado más el licor de la extracción se procesaron juntos. Esta etapa consiste en la concentración del extracto mediante la evaporación de solvente.

El extracto evaporado se envió a los estanques de almacenamiento de solvente para determinar su volumen y ser enviados posteriormente a la etapa de secado.

Los resultados de una de las pruebas piloto efectuadas (representativa del total) se presentan en la siguiente tabla.

Tabla 4.10: Rendimientos de la extracción a nivel piloto

Materia prima, kg	No. etapa	Solvente ingresado, l	Licor diluido, l	Extracto seco obtenido, kg	Rendimiento, %
118 (húmedos)	1	500	500	12,56	10,6
	2	920	960	7,86	6,7
	3	830	950	22,99	19,5
	FINAL	2250	2410	43,40	36,8

Los resultados de rendimientos fueron mucho mayores a nivel piloto que a nivel laboratorio, principalmente por las características fluidodinámicas y de agitación del sistema de extracción, que favorecen la transferencia de masa.



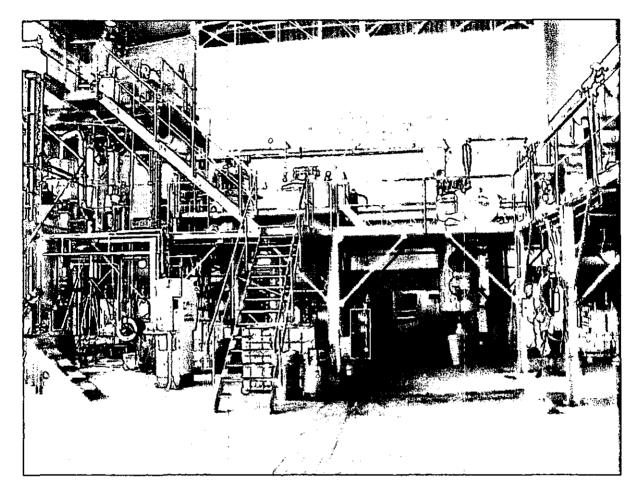


Figura 4.15. Vista general de la planta de extracción de la Unidad de Desarrollo Tecnológico de la Universidad de Concepción



Costos de la operación piloto

Se resumen en la siguiente tabla los costos de operación de la operación semi-industrial de extracción de antioxidantes a partir de orujo fresco (mezcla de semillas y orujo).

Tabla 4.11: Costos de la extracción semi-industrial de antioxidantes

İtem	Valor	Unidad
Peso materia prima	100	kg
Precio materia prima		\$/kg
Costo materia prima	400	
Precio transporte materia prima	72	\$/kg
Costo transporte materia prima	7200	
Días operación	2	
Jornales hombre	2	
Precio jornal	4000	\$/jornal
Costo mano de obra	16000	
Uso y mantención Sala de Procesos	20000	\$/día
Uso y mantención Laboratorio Químico	20000	
Uso maquinaria	15000	
Costo total uso bienes de capital	110000	
Solvente	2500	I
Precio etanol	270	
Precio agua	30	
% make-up	20%	
Precio recuperación solvente	55	
Costo solvente	185000	
Número análisis cont. Sólidos	20	
Precio por análisis	0.3	UF
Número análisis fenoles totales	4	
Precio por análisis	0.6	UF
Número análisis capacidad antioxidante	4	
Precio por análisis	0.8	UF
UF	15500	
Costo total análisis químico	179800	\$
Costo total operación	498400	\$
Rendimiento	35%	
Producto	35	kg
	<u> </u>	
Costo por unidad de producto	14240	\$
Costo por unidad de producto	26.9	

Preparado por UDT

61



Los costos informados fueron calculados por batch y tienen una baja sensibilidad con respecto al volumen de producción, por lo tanto pueden ser extrapolados, propiedad que se utiliza en las estimaciones que se presentan en los puntos siguientes.

Capacidad de procesamiento

Capacidad de la planta:

En la planta semi-industrial actualmente disponible, utilizando el reactor E-201 descrito en el punto referente al procesamiento, la obtención de un batch de producto toma dos días, operando en dos turnos de 8 horas.

La planta en cuestión cuenta con otro reactor, el denominado E-202 (ver Figura 4.14), que tiene capacidad para el procesamiento de 4 m³ de mezcla solvente-sólido, vale decir, 5 veces superior a la capacidad del reactor E-201 que fue el utilizado en los ensayos piloto. Toda vez que las variables de operación ha sido completamente definidas, es posible realizar la producción semi-industrial de extractos con capacidad antioxidante utilizando este reactor, vale decir, con una capacidad de producción 5 veces superior. Como ha sido expuesto, los costos de producción asociados son esencialmente independientes del volumen de producción en este rango, luego se consideran válidos los datos entregados en la Tabla 4.11.

Capacidad de producción de la materia prima:

Tomando en cuenta la estacionalidad de la materia prima, se considera que sólo son días útiles de producción aquéllos que transcurren durante la temporada de vendimia y que las materias primas útiles sólo están disponibles al final de dicho período. Esto implica que la planta podría operar como máximo unos 30 días cada año para producir extracto de orujos; es decir, se podrían procesar 15 batch, o un total de 7,5 toneladas de materia prima, para producir alrededor de 2,5 toneladas de producto al año

El resto del año, se podría procesar material conservado por deshidratación, pero es arriesgado considerar esto en una evaluación económica, puesto que el material que no se procesa en fresco puede deteriorarse o ser atacado por hongos, lo que lo inutiliza.



4.5. Evaluación económica

Las importaciones chilenas de extractos antioxidantes de uva alcanzaron las 0,8 toneladas en 1998 y las 2 toneladas en 1999, lo que indica un rápido crecimiento que, sin embargo, es arriesgado extrapolar, puesto que el comportamiento de mercado de los productos nutracéuticos suele ser bastante fluctuante, al depender de factores tan diversos como la disponibilidad de nuevas investigaciones o simplemente la moda. A la luz de las consideraciones anteriores, la actual capacidad de producción podría aproximadamente abarcar el creciente mercado nacional. Una evaluación económica a corto plazo, suponiendo que en 5 años se alcanza la producción máxima señalada (2,5 ton/año) y que el producto se destina por completo al mercado nacional, entrega los siguientes flujos de caja:

Tabla 4.12: Flujos de caja para la producción de extractos antioxidantes

item	Año 0	Año 1	Año 2	Año 3	Año 4	Año 5
Inversión, miles de \$. 0	0	0	0	0	0
Producción máxima, kg	2500	2500	2500	2500	2500	2500
% de la producción máxima	0%	15%	25%	70%	85%	100%
Producción, kg	0	375	625	1750	2125	2500
Precio producto, US\$/kg	200	200	200	200	200	200
Ingresos por ventas, US\$	0	75000	125000	350000	425000	500000
Costos de operación, US\$/kg	26.8	26.8	26.8	26.8	26.8	26.8
Costo de operación, US\$	0	10050	16750	46900	56950	67000
Flujo neto de caja, US\$	0	64950	108250	303100	368050	433000
Flujo neto de caja, \$	0	34423500	57372500	160643000	195066500	229490000

El valor actual neto del negocio es:

VAN(15%) = \$ 404.600.000

Puesto que en este caso no existe inversión, no corresponde calcular la tasa interna de retorno, TIR.

Cabe mencionar que la producción latinoamericana de productos nutracéuticos en general es incipiente y que, mediante una adecuada campaña de penetración de mercados, el producto nacional podría posicionarse firmemente en Latinoamérica. Este análisis debe sumarse a los casos de otros productos obtenidos por tecnologías de extracción, en la concepción de una planta de extracción industrial multipropósito.



5. IMPACTOS DEL PROYECTO

5.1. Impactos científico-tecnológicos

Desarrollo de nuevas líneas de investigación y desarrollo

La industria de fitofármacos en Chile ha experimentado un creciente desarrollo en los últimos años; sin embargo, la mayor parte de los esfuerzos han estado orientados a la obtención de los paquetes tecnológicos para el cultivo comercial de algunas hierbas medicinales y sus derivados. La línea de los productos alimenticios complementarios ha recibido menor atención, representando un mercado tanto o más interesante, debido a las dificultades que existen para penetrar este tipo de mercados. Los países líderes en la producción de fitomedicinas y nutracéuticos están adelantados en cuanto a la inversión en infraestructura y al expertizaje tecnológico requeridos. Por otra parte, en los mercados norteamericano y europeo, el consumidor es esencialmente exigente en sus demandas de adecuados controles de calidad y seguridad de este tipo de productos, lo que exige que estos aspectos sean cubiertos con sumo rigor por quienes pretenden competir con productos propios. Este proyecto focaliza este tipo de productos, puesto que el equipo ejecutor se encuentra firmemente convencido de que la estrategia adecuada para el desarrollo económico del país es avanzar en la cadena de valor, evolucionando desde su calidad de productor de materias primas a exportador de productos terminados e incluso de tecnología. En este sentido, el proyecto que se informa es pionero, y cuenta con la ventaja adicional de haber obtenido resultados positivos a nivel semi-industrial. Se sientan las bases, entonces, para otras líneas de investigación en los términos expuestos, algunas de las cuales se describen a continuación.

Desarrollo de tecnologías avanzadas de estabilización y estandarización de los extractos obtenidos:

Para la obtención de un producto competitivo en mercados internacionales, éstos son aspectos que deben ser cubiertos en investigaciones especialmente orientadas a ello. El mercado nacional de los productos antioxidantes es poco exigente, no requiriéndose en la actualidad más que una caracterización química muy básica para que el producto sea considerado apto. Sin embargo, los compuestos antioxidantes son altamente inestables, por lo que la mantención de su calidad en el tiempo debe ser asegurada con metodologías adecuadas de estabilización. Además, las tendencias mundiales en los mercados de



productos nutracéuticos apuntan a la definición de estándares más rigurosos para la determinación de la calidad de un producto. Es la opinión del grupo investigador que es posible aplicar técnicas físicas y químicas en la extracción y el procesamiento posterior de los extractos, con el fin de mantener su calidad en el tiempo. Por otra parte, el proyecto ejecutado ha permitido a los participantes construir un expertizaje en cuanto a las metodologías de análisis químico que permite enfrentar los desafíos de la estandarización.

Desarrollo de tecnologías avanzadas para el secado de extractos:

Los procedimientos de secado de los extractos han demostrado tener gran influencia en la calidad del producto final y es de interés el estudio más acabado de la aplicación de técnicas como la liofilización, u otras de menor costo, como el secado por microondas, siempre con el objetivo de encontrar la alternativa técnica y económicamente óptima.

Investigaciones clínicas acerca de los usos médicos de los extractos antioxidantes:

Estas investigaciones aún no han llegado a una etapa paradigmática a nivel mundial, por lo que es posible realizar contribuciones originales en el tema, especialmente si se cuenta con la tecnología para realizar la producción masiva de extractos que se requiere para la ejecución de estudios clínicos.

Producción de fracciones purificadas de los extractos antioxidantes:

Una de las conclusiones obtenidas a partir de los ensayos de análisis químicos realizados en este proyecto, que confirma lo encontrado en la bibliografía consultada, es que la capacidad antioxidante de un extracto no tiene necesariamente una relación directamente proporcional con el contenido de compuestos polifenólicos del extracto en cuestión, sino con la calidad de éstos; vale decir, qué tipo de compuestos se encuentran presentes en el extracto. Es atractivo investigar la purificación de fracciones e incluso de compuestos individuales a partir de extractos totales, desde el punto de vista de mejorar la actividad biológica del extracto aislando la fracción o el compuesto que realmente tiene actividad. El aislamiento de fracciones de extractos se realiza por métodos cromatográficos y constituye una tecnología de altos costos de inversión y operación, incluso a nivel de laboratorio, con mayor razón a nivel preparativo, por lo que implementar los métodos requeridos constituye un desafío de gran calibre para el grupo investigador.

COVICA - UDT

Desarrollo de modelos de gestión de los residuos de la industria vitivinícola nacional:

El crecimiento sostenido de la industria vitivinícola nacional como consecuencia del posicionamiento de nuestros productos en mercados internacionales y del aumento de las exportaciones, trae aparejado un crecimiento en los volúmenes de residuos del proceso de vinificación, que forzará a las empresas productoras a revisar sus planes de manejo y gestión de residuos, siendo necesario avanzar en estos temas hacia soluciones más eficientes y opciones más atractivas que los manejos tradicionales. Este proyecto es un perfecto punto de partida para futuras investigaciones es esta área.

Generación de nuevos conocimientos

Fitoquímica:

Los resultados obtenidos en el proyecto, especialmente en la etapa de la caracterización química de las materias primas y los extractos obtenidos, representan una contribución original en el campo de la química de recursos naturales a nivel nacional.

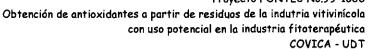
Ingeniería de procesos:

Por otra parte, si bien existe un mercado mundial de antioxidantes de uva bastante afianzado, el uso de las materias primas investigadas en este trabajo es privativo del grupo ejecutor del proyecto. La tecnología de producción constituye una innovación importante en el campo tecnológico.

Formación de recursos humanos

Estudiantes de pre y posgrado:

Durante el desarrollo del proyecto se realizó no sólo la capacitación y la especialización del personal que trabajó directamente en él, sino que además se dio cabida a alumnos memoristas en fitoquímica e ingeniería de procesos. La continuidad de las líneas de investigación abiertas gracias a este proyecto permitirá a la Universidad de Concepción proseguir con esta política.





Interacción con otros investigadores en el tema:

La realización de las distintas actividades programadas permitió a los ejecutores interactuar con otros grupos de investigación, como los de la Facultad de Medicina de la Universidad Católica y del Departamento de Química de la Universidad de Santiago de Chile, enriqueciendo y fortaleciendo así su experiencia en el área.



5.2. Impactos económico-sociales

Creación de un nuevo producto

El proyecto estuvo orientado al desarrollo de la tecnología de producción de un producto absolutamente innovativo, puesto que la materia prima inicial es un subproducto de otro proceso productivo, a diferencia de los productos comerciales actualmente disponibles en el mercado. Ciertas características organolépticas del producto nuevo difieren de los productos tradicionales; por ejemplo, el aspecto coloreado, producto de la extracción de antocianos desde el orujo, lo que no sucede cuando se realiza extracción solamente de semillas.

Por otra parte, no se produce por el momento en el país ningún tipo de productos antioxidantes. A nivel latinoamericano, sólo Brasil cuenta con la tecnología necesaria para la producción de antioxidantes de uva.

Incremento de valor agregado

En el proyecto se definió como la materia prima más promisoria la mezcla de orujos y semillas que se obtiene del prensado del orujo que se retira de las cubas de fermentación. Este subproducto tiene un mercado a un precio de 4 \$/kg. El producto antioxidante obtenido mediante la tecnología desarrollada tiene un valor mínimo de 200 US\$/kg, y un mercado potencial de millones de dólares.

Es tarea de los productores el idear una adecuada estrategia de penetración de los mercados de interés para que los beneficios señalados efectivamente se concreten, sumando el desarrollo de nuevas líneas de investigación a las ventajas de la producción local.

Diversificación de la producción

El proyecto ejecutado permite a la empresa Viña Lomas de Cauquenes diversificar sus productos mediante el inicio de una línea de productos nutracéuticos, manteniendo por supuesto su giro original, pero entrando en el mercado de la química fina de productos naturales, con la ventaja de ser los primeros en el país.

69



5.3. Impactos ambientales

Aprovechamiento de subproductos

El proyecto estuvo orientado a la utilización de subproductos de la vinificación muchas veces considerado desechos: borras, orujos y semillas. Si bien algunos de estos productos encuentran mercados, la obtención de productos de alto valor agregado es una alternativa de uso mucho más atractiva, que se encuentra al alcance de la compañía vitivinícola gracias a este proyecto.

Reducción del volumen de residuos

A partir de este subproducto se obtiene un producto de muy alto valor agregado, se reduce el volumen del residuo final. Por otra parte, el procesamiento en una planta especialmente acondicionada permite la adecuada disposición final de éste.

Cuantificación de los residuos

Durante el desarrollo de esta investigación se realizaron las mediciones requeridas para la cuantificación de los residuos sólidos, líquidos y gaseosos de la vinificación, con el fin de determinar su potencial como materia prima. Esto permite obtener una mejor visión de la posición ambiental de la empresa vitivinícola, con vistas a la implementación de los controles de impacto ambiental que establecen las nuevas regulaciones implementadas a nivel nacional.

Gestión de residuos

La cuantificación de los residuos de la empresa vitivinícola permite racionalizar el concepto de gestión de residuos utilizado, haciendo extensivo el análisis a toda la industria vitivinícola nacional, con el fin de acuñar nuevos conceptos en el manejo de sus residuos, tanto en la disposición de los desechos como en el aprovechamiento del material valioso.



5.4. Implementación de los resultados

Debido a la naturaleza del proyecto, a los contactos establecidos con potenciales clientes en el mercado nacional (laboratorios farmacéuticos) y a la actual capacidad de obtención de materias primas y de procesamiento, la empresa Viña Lomas de Cauquenes está en condiciones de planificar un período de producción durante la próxima etapa de vendimia, el año 2001. El nivel de producción quedará determinado por los negocios a establecer por la compañía con los compradores del producto.

Por su parte, la Universidad de Concepción, en conjunto con la empresa Viña Lomas de Cauquenes y otras empresas en la cadena de valor, principalmente laboratorios farmacéuticos, proseguirá las investigaciones en ámbitos tanto clínicos como tecnológicos; por ejemplo, el desarrollo de nuevas tecnologías de secada, el estudio de técnicas de estabilización, la investigación clínica de la actividad antioxidante, y muchos otros.

Preparado por UDT

70



6. CONCLUSIONES

6.1. Generales

El proyecto que se informa permitió sentar las bases científico-tecnológicas para la producción de extractos antioxidantes, a partir de subproductos del proceso de vinificación.

El principal resultado del proyecto es el paquete tecnológico para la producción de los extractos mencionados, que presentan características de calidad equivalentes a los productos que actualmente se importan para ser destinados al consumo nacional. El paquete desarrollado está constituido por:

- Metodologías de caracterización química de las potenciales materias primas y de los extractos obtenidos, en cuanto a su contenido de los compuestos de interés y a su capacidad antioxidante.
- Procedimientos de extracción de los compuestos de interés a nivel laboratorio.
- Escalamiento de los procesos desarrollados a nivel semi-industrial.
- Evaluación de costos de la producción semi-industrial de extractos con capacidad antioxidante.
- Información de mercado acerca de la disponibilidad, calidad y precio de los productos antioxidantes actualmente disponibles, y del volumen de ventas.
- Red de comunicación entre agentes de los diferentes puntos de la cadena de valor.

La empresa COVICA está en condiciones de plasmar estos resultados en la realidad productiva por planificación directa de un período de producción durante la próxima vendimia. El volumen de producción deberá ser determinado según la capacidad de procesamiento de la planta semi-industrial disponible, según la disponibilidad de materia prima y según los negocios a establecer con los potenciales clientes, para lo cual se continuará el envío de muestras de extracto para su evaluación.



6.2. Ensayos a nivel laboratorio

De los experimentos realizados a nivel de laboratorio es posible extraer las siguientes conclusiones:

- Entre las materias primas disponibles para la extracción de compuestos antioxidantes, son atractivas la mezcla fresca de orujos y semillas que se obtiene por prensado después del proceso de fermentación del vino, o bien las semillas separadas del orujo. Al separar el orujo antes de realizar la extracción se pierde la fracción de antocianos, que también contribuyen en forma importante a la capacidad antioxidante del extracto, pero además se eliminan las azúcares, minimizando los riesgos de fermentación y formación de hongos y permitiendo la preservación de la materia prima en buen estado para su posterior extracción. Las semillas, en este caso, deben ser lavadas y secadas a una temperatura no superior a los 30 °C para evitar la descomposición de los principios activos. En los ensayos de laboratorio, las semillas así preparadas fueron almacenadas a 4 °C hasta ser utilizadas.
- Las borras del proceso de vinificación no presentan un contenido de compuestos antioxidantes que permita obtener extractos de calidad comercial.
- El solvente más adecuado para la extracción es la mezcla etanol-agua, en proporción 1:1 aproximadamente, para todas las materias primas estudiadas. Los extractos obtenidos se concentran a presión reducida y a una temperatura no superior a los 40 °C para evitar la descomposición de los antioxidantes.
- Los métodos implementados para la determinación de la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos no pueden ser utilizados por separado, puesto que la información entregada por cada uno de ellos no es concluyente respecto de la propiedad que se investiga. El método de Folin-Ciocaltaeu, por ejemplo, evalúa la concentración de fenoles totales, pero no todos los compuestos poseen la misma capacidad antioxidante, por lo tanto no existe una relación directa que permita inferir el valor de una propiedad a partir de la otra; luego, a pesar de su bajo costo, esta prueba no puede ser utilizada por sí sola como control de calidad. El TRAP sí es un índice selectivo, puesto que se basa en una reacción específica para compuestos con capacidad antioxidante; el costo de este análisis es mayor, pero es un mejor indicador de calidad. La obtención de algunos perfiles cromatográficos como apoyo a la



operación semi-industrial, junto a las otras pruebas descritas, permite concluir de forma más exacta respecto de las propiedades químicas de los extractos.

De acuerdo con los espectrogramas obtenidos, los principales compuestos antioxidantes presentes en los extractos obtenidos a partir de semillas de las cepas analizadas corresponden a procianidinas y catequinas (perfil cromatográfico a 280 nm), ácidos fenólicos (perfil cromatográfico a 313 nm) y flavonoles (perfil cromatográfico a 355 nm). En el orujo y en los extractos de semillas de las cepas merlot y tintorera se encuentran presentes, además las antocianinas (perfil cromatográfico a 525 nm).

6.3. Ensayos a nivel piloto

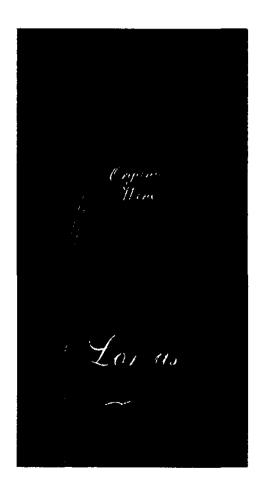
De los experimentos de obtención de extractos antioxidantes realizados a nivel piloto se desprenden las siguientes conclusiones.

- Los rendimientos obtenidos a nivel piloto son superiores a los obtenidos en general a nivel laboratorio, debido principalmente a dos factores: en primer lugar, la fluidodinámica del sistema de extracción piloto equivale a un sistema de extracción con agitación, que favorece la transferencia de masa; en cambio, la extracción Soxhlet utilizada en el laboratorio se realiza sin agitación. El factor más relevante, sin embargo, es que en los ensayos piloto se proceso materia prima fresca; en cambio en el laboratorio se utilizó principalmente materia prima conservada en refrigeración. La refrigeración no impide que las reacciones deterioro se completen, aunque a una velocidad disminuida; por lo tanto, los antioxidantes se oxidan y se obtienen resultados inferiores.
- La extracción debe llevarse a cabo realizando a la vez recuperación del solvente utilizado; de otra manera, los costos de producción de elevan a tres o cuatro veces el valor calculado.
- El costo de producción de los extractos antioxidantes limita su uso como antioxidante o colorante para la industria de alimentos, haciendo poco factibles las aplicaciones masivas.
- Los extractos obtenidos muestran un contenido importante de ciertos compuestos antioxidantes, cuyo uso en medicina se ha documentado en la bibliografía revisada.



Tal es el caso del resveratrol, por ejemplo, que se utiliza como antibiótico, o de la fracción de antocianos, que encuentra uso en el tratamiento de las retinopatías diabéticas. El precio de estos productos en el mercado puede llegar a ser diez o cien veces mayor que el precio de los extractos totales, aunque se comercializan cantidades pequeñas y la investigación respecto de su uso clínico aún está en ciernes. Esto indica que la forma más atractiva de continuar las investigaciones en este tema es investigar la tecnología de purificación de fracciones de los extractos mediante metodologías avanzadas.

Puesto que se encuentra directamente relacionada con la calidad del producto final, la metodología de secado de los extractos obtenidos y de estandarización de ellos es otra línea de investigación que puede seguirse en forma exitosa, teniendo como meta la introducción de los productos propios como productos de calidad probada en los mercados internacionales.





Anexo 1 RESUMEN DE ACTIVIDADES DESARROLLADAS

FECHA	31/8/2000

1. ANTECEDENTES GENERALES

CÓDIGO PROYECTO	99-1668
TÍTULO DEL PROYECTO	OBTENCIÓN DE ANTIOXIDANTES A PARTIR DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA VITIVINÍCOLA, CON USO POTENCIAL EN LA INDUSTRIA FITOTERAPÉUTICA
EMPRESA	COOPERATIVA AGRÍCOLA VITIVINÍCOLA DE CAUQUENES LTDA.
INFORME	FINAL

2. CUADRO RESUMEN DE ACTIVIDADES

2.1. ACTIVIDADES PROGRAMADAS (Según Términos de Referencia)

1. Recuperación de material suspendido y/o disuelto en los efluentes líquidos

Durante esta etapa se programó la recolección de muestras de los efluentes líquidos generados durante el proceso de vinificación, utilizando un floculante para aglutinar las partículas y acelerar su sedimentación. Se programaron ensayos con floculantes comerciales y la determinación de la cantidad necesaria de éstos para sedimentar las partículas presentes en el efluente. Se planificó realizar, además, una filtración simple para separar las partículas sedimentadas y para recuperar los residuos de uva presentes. Esta etapa se planificó para ser llevada a cabo en la Universidad de Concepción.

2. Obtención de extractos a escala de laboratorio

Durante esta etapa se pretendió desarrollar una tecnología de extracción para las siguientes materias primas: borras de vino orgánico, orujos y pepas de uva país orgánico, cabernet orgánico y tintorero. Para cada una de las materias primas, se determinarían los principales parámetros experimentales para la obtención de extractos. Se consideró realizar un tratamiento previo de la materia prima, tal como la separación de cada una de sus partes (orujo, pepas), molienda, secado, etc. Y también estudiar la concentración de solvente (etanol) en agua, el tiempo de extracción (que puede variar entre 2 a 8 horas), temperatura, etc. La viña Lomas de Cauquenes se comprometió a entregar la materia prima. El estudio se planificó sería realizado en el Laboratorio de Productos Naturales de la Facultad de Ciencias Naturales y Oceanográficas de la Universidad de Concepción.



3. Caracterización de extractos

Se planeó utilizar diversas técnicas de análisis para determinar la composición tanto de los productos intermedios como de los extractos finales. Se programó el uso de las siguientes técnicas: espectroscopía ultravioleta, espectroscopía FT-IR, espectroscopía de RMN ¹H y ¹³C, cromatografía de placa fina, cromatografía líquida de alta presión y cromatografía gaseosa.

Además, se utilizarían los extractos que posean mayor concentración en polifenoles, para la determinación de las propiedades antioxidantes. Se programó la comparación de los resultados con los obtenidos con un extracto comercial. Estos estudios fueron realizados en el Laboratorio de Productos Naturales de la Universidad de Concepción.

4. Obtención de extractos a escala semi-industrial

Esta etapa del proyecto tuvo como objetivos la implementación de una tecnología de extracción planta piloto y la obtención de extractos con propiedades antioxidantes a escala piloto. Dentro de la implementación de la planta piloto se contempló la preparación de la materia prima, la extracción, concentración y secado de los extractos. Esta etapa fue desarrollada en la Universidad de Concepción.

2.2. ACTIVIDADES EFECTIVAMENTE DESARROLLADAS

1. Caracterización y recolección de materia prima

- Obtención de información básica del proceso en etapa de vendimia.
- Identificación de los efluentes sólidos, líquidos y gaseosos de la planta vitivinícola.
- Definición de un diagrama de proceso de la planta vitivinícola.
- Recopilación de datos históricos de producción.
- Recolección de muestras de efluentes sólidos y líquidos, y mediciones in situ.
- Caracterización cualitativa de los efluentes líquidos y proposición de alternativas de tratamiento y uso.

2. Obtención de extractos a nivel laboratorio

- Desarrollo de la metodología de obtención de extractos, a partir de semillas, orujos y borras.
- Obtención de un extracto de referencia a partir de un producto comercial.
- Cuantificación del rendimiento de las extracciones (material extraíble).
- Determinación de la influencia de algunas variables de operación (temperatura y concentración de solvente) en los resultados obtenidos.



3. Caracterización de los extractos

- Implementación de la metodología UV para la determinación del contenido total de compuestos fenólicos en los extractos.
- Implementación de la metodología de Folin-Ciocalteau para la determinación del contenido total de compuestos fenólicos en los extractos.
- Determinación del contenido de fenoles totales en los extractos de semillas, orujos y borras obtenidos a nivel de laboratorio.
- Implementación de la metodología HPLC para la identificación y cuantificación de los compuestos presentes en los extractos.
- Identificación de compuestos fenólicos individuales por HPLC.
- Implementación de la metodología ABTS para la determinación de capacidad antioxidante de los extractos
- Determinación de la capacidad antioxidante de los extractos obtenidos a nivel de laboratorio.
- Ensayos de estabilidad de los extractos en distintas condiciones de luz, temperatura y pH.

4. Proceso piloto

- Definir proceso de pre-acondicionamiento de las materias primas (secado, molienda).
- Definir procedimiento de transporte de las materias primas desde la planta vitivinícola hasta la planta de extracción.
- Puesta en marcha del proceso semi-industrial de extracción.
- Ensayos de extracción a nivel semi-industrial.
- Ensayos de recuperación de solvente.
- Ensayos de secado de los extractos obtenidos.
- Caracterización química de los extractos obtenidos.

5. Análisis de factibilidad técnico-económica

- Obtención de datos de mercado para los productos nutracéuticos antioxidantes.
- Cálculo de costos de la operación semi-industrial.
- Cálculo de parámetros económicos relevantes de la producción semi-industrial de extractos antioxidantes.
- Estudio de alternativas técnicas y económicas para los productos obtenidos.



Anexo 2. RESUMEN DE GASTOS REALES

El Anexo 2 se adjunta al presente informe en ejemplar aparte.



Anexo 3. IMPLEMENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PROYECTO

CÓDIGO PROYECTO	99-1668
TÍTULO DEL PROYECTO	OBTENCIÓN DE ANTIOXIDANTES A PARTIR DE RESIDUOS DE LA INDUSTRIA VITIVINÍCOLA, CON USO POTENCIAL EN LA INDUSTRIA FITOTERAPÉUTICA
EMPRESA	COOPERATIVA AGRÍCOLA VITIVINÍCOLA DE CAUQUENES LTDA.

IMPLEMENTACIÓN DE LOS RESULTADOS DEL PROYECTO

(Señalar los principales resultados obtenidos en el proyecto y las acciones que se desarrollarán para implementarlo productivamente)

El principal resultado del proyecto es el paquete tecnológico para la producción de extractos antioxidantes a partir de subproductos de la industria vitivinícola. Los extactos obtenidos presentan características de calidad similares a los productos importados que actualmente se comercializan en el país. El paquete desarrollado está constituido por:

- Metodologías de caracterización química de las potenciales materias primas y de los extractos obtenidos, en cuanto a su contenido de los compuestos de interés y a su capacidad antioxidante.
- Procedimientos de extracción de los compuestos de interés a nivel laboratorio.
- Escalamiento de los procesos desarrollados a nivel semi-industrial.
- Evaluación de costos de la producción semi-industrial de extractos con capacidad antioxidante.
- Información de mercado acerca de la disponibilidad, calidad y precio de los productos antioxidantes actualmente disponibles, y del volumen de ventas.
- Red de comunicación entre agentes de los diferentes puntos de la cadena de valor.

La empresa COVICA está en condiciones de plasmar estos resultados en la realidad productiva por planificación directa de un período de producción durante la próxima vendimia. El volumen de producción deberá ser determinado según la capacidad de procesamiento de la planta semi-industrial disponible y según los negocios a establecer con los potenciales clientes, para lo cual se continuará el envío de muestras de extracto para su evaluación.