

# Optimization of the Supercritical Fluid Extraction for the Obtaining of Grape Seed Oil with the Use of Taguchi Methodology and Response Surface

Henry Obregón, Eng<sup>1</sup>, Fredy Huayta, Msc<sup>1</sup>, Fiorella Cárdenas, PhD<sup>1</sup>,  
Pontificia Universidad Católica del Perú, Departamento de Ciencias e Ingeniería, Sección de Ingeniería Industrial,  
hobregon@pucp.pe, fhuayta@pucp.edu.pe, fcardenas@pucp

**Abstract**– *The present work is focused on the revalorization of waste materials from the wine industry such as grape seed for the obtaining of grape oil using supercritical fluid technology. Malbec grape seed was used as raw material to obtain supercritical grape oil, as a potential value added product for both the pharmaceutical and food industries. An initial stage, the physicochemical characterization of the raw material was performed and the results obtained were: humidity (11.4%), proteins (8.1%), ashes (2.5%), fats (11.5%) and carbohydrates (66.5%). In the second stage, preliminary extraction tests with supercritical fluids were carried out using CO<sub>2</sub> as a solvent. The following fixed operating parameters were established: average particle size (522.15 µm), supercritical extraction time in steady state (30 minutes), supercritical extraction time in dynamic state (180 minutes) and CO<sub>2</sub> flowrate (5 ft<sup>3</sup>/h). The results were evaluated in terms of yield (g oil obtained / g raw material x100%). Subsequently, the parameters pressure (psi) and temperature (C) that significantly influenced (p <0.05) in the supercritical oil yield were evaluated using the Orthogonal Array L<sub>9</sub> of the Taguchi methodology. The levels established for the pressures were: 2205, 4410 and 6615 PSI, and the temperatures were: 40, 50 and 60°C. The result indicated that both factors were significant and the best values respect to the performance of the supercritical oil were pressure (6615 PSI) and temperature (60°C). In the next stage, we performed the optimization of the significant factors pressure and temperature by applying the Response Surface Methodology, with a central composite design (4 factorial treatments, 4 axial treatments and 2 central point treatments). The optimal temperature and pressure were 68 °C and 7655 psi with an extraction yield of 8.14 percent. Finally, the physico-chemical characterization of the obtained supercritical oil shows that linoleic and oleic fatty acids were found in highest proportion: 64.9 percent and 21.8 percent, respectively.*

**Keywords**- *Grape Seed Oil Malbec, Supercritical Fluid Extraction, Taguchi, Response Surface*

Digital Object Identifier (DOI):<http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2018.1.1.268>  
ISBN: 978-0-9993443-1-6  
ISSN: 2414-6390

# Optimización del Proceso de Extracción por Fluidos Supercríticos en la Obtención de Aceite de Semillas de Uva con el Empleo de la Metodología Taguchi y Superficie de Respuesta

Henry Obregon, Eng<sup>1</sup>, Fredy Huayta, Msc<sup>1</sup>, Fiorella Cárdenas, PhD

Pontificia Universidad Católica del Perú, Departamento de Ciencias e Ingeniería, Sección de Ingeniería

hobregon@pucp.pe, fhuayta@pucp.edu.pe, fcardenas@pu

**Abstract** – *The present research corresponds to a project to use the waste of the Peruvian Wine Industry used malbec grape seed as raw material to evaluate the opportunity to obtain enriched oil, as a potential proposal for both the pharmaceutical and food industries. In the initial stage, the physicochemical characterization of the raw material was performed, the results obtained were: humidity (11.4%), proteins (8.1%), ashes (2.5%), fats (11.5%) and carbohydrates (66.5%). In the second stage, preliminary extraction tests with supercritical fluids were carried out using liquid CO<sub>2</sub> as a solvent. The following fixed operating parameters were established: average particle size (522.15 μm), supercritical extraction time in steady state (30 minutes), supercritical extraction time in dynamic state (180 minutes) and CO<sub>2</sub> outflow (5 ft<sup>3</sup> / h). While the study parameters were: Extraction pressure (PSI) and Extraction temperature (°C). The results were evaluated based on the yield (g oil obtained / g raw material x100%).*

*Subsequently, the factors and levels that significantly influence (p <0.05) in the supercritical oil yield obtained using the Orthogonal Array L<sub>9</sub> of the Taguchi methodology were determined. The factors were: Extraction pressure (PSI) and extraction temperature (°C). The levels established for the pressures were: 2205-4410-6615 PSI and the temperatures were: 40-50-60°C. The result indicated that both factors are significant and the best values with respect to the performance of the supercritical oil were obtained to: Pressure (6615 PSI) and temperature (60°C) that were later optimized.*

*In the next stage, we performed the optimization of the significant factors identified by applying the Response Surface Methodology, with a central composite design (4 factorial treatments, 4 axial treatments and 2 central point treatments). Determining that the optimum temperature was (68 ° C) and optimum pressure was (7655 PSI). The optimized oil had a yield of 8.14 percent. Finally, the physical-chemical characterization of the obtained supercritical oil was carried out, which consisted in determining the percentage ratio of the fatty acids present. Linoleic and oleic fatty acids are found in greater proportion: 64.9 percent and 21.8 percent, respectively.*

*The establishment of optimal operating conditions, the use of supercritical fluid extraction technology and the use of industrial waste allow establishing the foundations of sustainable industrial processes that is important for the growth of the productive sectors of developing countries.*

**Keywords:** *Grape Seed Oil Malbec, Supercritical Extraction, Taguchi, Response Surface.*

Digital Object Identifier (DOI): <http://dx.doi.org/10.18687/LACCEI2018.1.1.268>  
ISBN: 978-0-9993443-1-6  
ISSN: 2414-6390

## I. INTRODUCCIÓN

En la actualidad, la semilla de uva es considerada como residuo en la industria vitivinícola. Este residuo agroindustrial es desechado y empleado en conjunto con otros residuos para afirmar carreteras en los campos de cultivo y en algunos casos se mezcla con otros materiales para la fabricación de abono [1]. Otros utilizan la semilla de uva como combustible o como alimento para el ganado [2]; sin embargo, las bondades que ofrece esta semillas merece un uso más adecuado, por su alto contenido en compuestos fenólicos, por su alta actividad antioxidante; bondades cardio-protectoras, antivirales, antibacterianos y brindar protección ante los rayos UV [3]; por lo tanto, la búsqueda de alternativas de aprovechamiento despierta el interés a nivel industrial para darle un valor agregado a este producto considerado como residuo.

En el Perú y países a nivel regional, el aceite de semilla de uva es un producto poco difundido, es escaso su consumo y poco se sabe de su valor nutritivo. En países como Italia, Francia y España, se produce, comercializa y existe una demanda creciente del mismo [4]. El aceite de semilla de uva es de principal interés en la industria cosmética, debido a sus propiedades humectantes en la piel [3]. Entre las principales características nutracéuticas del aceite es de poseer un sabor ligero con toques frutales, una alta digestibilidad, alto contenido de tocoferoles o vitamina E [5], presencia de compuestos antioxidantes, ácidos fenólicos y el alto contenido de ácidos grasos insaturados, principalmente ácido linoleico y oleico, que son esenciales para el metabolismo humano debido a la ausencia de enzimas que lo produzcan [6]. Además de poseer altas cantidades de taninos, inclusive siendo 1000 veces mayor que otros aceites de semillas de otras frutas [7]; realizando el potencial de mercado para este aceite.

Para la obtención de un aceite de semilla de uva con excelentes atributos nutricionales, se emplea la tecnología de Extracción por Fluidos Supercríticos (EFS), que ofrece varias ventajas operativas sobre los métodos convencionales de extracción [8]. Estas ventajas son debidas a la alta volatilidad, alta difusividad y baja viscosidad de los fluidos supercríticos. Utilizando dióxido de carbono en los tratamientos a temperaturas moderadas, es posible lograr una alta selectividad de componentes valiosos en productos naturales [9]. Tales como: aceites esenciales, pigmentos, carotenoides,

antioxidantes, antimicrobianos, y sustancias que son utilizadas como ingredientes para la fabricación de alimentos, medicinas, y productos de perfumería que son obtenidos de especias, hierbas y otros materiales biológicos [10]. La extracción por fluidos supercríticos es considerada como tecnología de extracción verde, debido a que se ha centrado principalmente en el descubrimiento y diseño de nuevos procesos de extracción con necesidades energéticas reducidas, recurriendo a solventes alternativos no peligrosos y productos naturales renovables, asegurando al mismo tiempo extractos seguros y de alta calidad [11]. Esta tecnología proporciona características atractivas superando muchas de las limitaciones de las extracciones convencionales [12]. Por lo tanto, teniendo en cuenta el marco actual, existe un interés creciente en el empleo y aplicación de SFE en la extracción de compuestos naturales a partir de diferentes matrices.

La optimización de los procesos, consiste en establecer las condiciones de operación de las variables del proceso que producen el mejor desempeño de sí mismo [13]. El término “calidad total” es denominado a la metodología Taguchi, que en síntesis es “hacer las cosas bien en todas las actividades de la empresa para satisfacer las necesidades de los consumidores”, utilizando arreglos ortogonales correspondientes a un diseño de experimentos que permite hacer una evaluación matemática e independiente del efecto de cada uno de los factores del diseño [14]. Mientras que la metodología de superficie de respuesta es un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas utilizadas para modelar y analizar problemas en los que una variable de interés es influenciada por otras, siendo su objetivo optimizar la variable de interés [13].

Es por ello, que el objetivo principal de la presente investigación es optimizar las condiciones de extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico (temperatura y presión) para la obtención de un aceite a partir de semillas de uva empleando la metodología de Taguchi y Superficie de Respuesta. Los objetivos específicos son: Caracterizar fisicoquímicamente la materia prima, establecer condiciones pre-operativas y ejecutar el diseño experimental (Taguchi), optimizar usando la metodología Superficie de Respuesta.

## II. MATERIALES Y REACTIVOS

### A. Caracterización Físico-Química de la Materia Prima

La materia prima, el cual consistió de semillas de uva Malbec provenientes de los residuos industriales donados por la empresa vitivinícola Santiago Queirolo (Lima-Perú). Previo a la extracción supercrítica, las semillas fueron deshidratadas en un secador convectivo a 40°C hasta 7.10% de humedad, y fueron almacenadas en frízer hasta la ejecución de los experimentos.

- Determinación de Humedad. FAO. Food and Nutrition Paper pp. 205 T 14/7, 1986.

- Determinación de Proteína. AOAC Official Method 920.87: 2005. Protein (Total) in Flour.
- Determinación de Cenizas. FAO. Food and nutrition paper. Pp.: 228 T 14/7 1986 Total Ash.
- Determinación de Grasa. FAO. Food and nutrition paper. Pp 212 T 14/7 1986. Crude fat.
- Determinación de carbohidratos, por diferencia MS-INN [15].

### B. Caracterización Físico-Química del aceite supercrítico

Se analizó el perfil de ácidos grasos del aceite supercrítico obtenido.

- Determinación del perfil de ácidos grasos. Se empleó un Cromatógrafo de gases Agilent Technologies 7890 con detector espectrómetro de masas Agilent Technologies 5975C. Columna: DB-5ms, 325 °C: 60 m x 250 μm x 0.25 μm. Tiempo de corrida: 37.5 min. Inyección: 5 μL. Split: 100: 1. Gas portador: He, 1ml/min. Muestra: Cien mg de extracto etéreo fue disuelto con 10 ml de pentano y se agregó 100 μL de KOH al 11.2% en metanol. Se agitó por 1 minuto y centrifugó. El sobrenadante fue inyectado directamente al GC-MS.

### C. Metodología Operacional

- Ensayos Preliminares.  
Se efectuaron pruebas preliminares para el establecimiento de las siguientes condiciones de operación: Tamaño de partícula promedio (522,15 μm), Tiempo de extracción supercrítica en estado estacionario (30 minutos), Tiempo de extracción supercrítica en estado dinámico (180 minutos) y flujo de salida del CO<sub>2</sub> (5 pie<sup>3</sup>/h).  
Las extracciones por fluidos supercríticos fueron realizadas en el equipo SFT- 150 SFE SYSTEM. El solvente empleado fue CO<sub>2</sub> líquido industrial sifón 99.9% proporcionado por la empresa Praxair Perú SRL. Los resultados de las extracciones por fluidos supercríticos obtenidos fueron evaluados en base al rendimiento de extracción (variable respuesta), se definió como la cantidad de aceite extraída, dividida entre la cantidad de materia prima inicial y multiplicada por cien para expresarse como porcentaje. Mientras que la velocidad de extracción se definió como la cantidad de aceite extraída dividida entre el tiempo de operación.
- Determinación de los factores (p<0,05) que influyen en el rendimiento del proceso de extracción de aceite con el empleo de CO<sub>2</sub> supercrítico.  
Se realizó la determinación de los factores que influyen significativamente (p<0,05) en el proceso de extracción con CO<sub>2</sub> supercrítico. Para tal fin se aplicó la metodología Taguchi [16] que consistió en desarrollar un

Arreglo Ortogonal  $L_9(3)^2$  (Tabla 1). Para el análisis de los resultados se empleó el software estadístico Statgraphics Centurion XVI (Versión de Prueba).

TABLA I.  
ARREGLO ORTOGONAL TAGUCHI  $L_9(3)^2$

TRATAMIENTOS	Variables Codificadas	
	X1	X2
1	-1	-1
2	-1	0
3	-1	1
4	0	-1
5	0	0
6	0	1
7	1	-1
8	1	0
9	1	1
10	-1	-1
11	-1	0
12	-1	1
13	0	-1
14	0	0
15	0	1
16	1	-1
17	1	0
18	1	1

- Optimización de rendimiento de aceite supercrítico de semilla de uva con el empleo de la metodología de Superficie de Respuesta.

Para la optimización del rendimiento de aceite de semilla de uva empleando  $CO_2$  supercrítico se utilizó el Método de Superficie de Respuesta de segundo orden; aplicados a los factores que influyeron significativamente en el rendimiento del aceite obtenido. Se estableció un Diseño Central Compuesto (CCD) con  $k$  factores, requiriendo  $2^k$  corridas factoriales,  $2k$  corridas axiales y 2 puntos centrales [13]. En la Figura 1 se define 4 corridas factoriales, 4 corridas axiales y 2 puntos centrales [13]. Se utilizó el software estadístico Statgraphics Centurion XVI (Versión de Prueba) para el análisis de resultados.

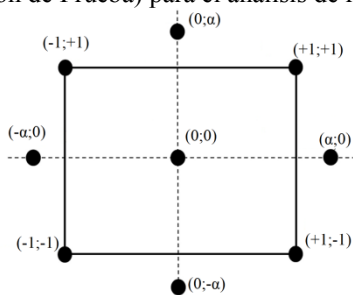


Fig 1. Diagrama del Diseño Central Compuesto de Superficie de Respuesta

TABLA II.  
TRATAMIENTOS DEL DISEÑO CENTRAL COMPUESTO

TRATAMIENTOS	Variables Codificadas	
	X1	X2
1	-1.00000	-1.00000
2	-1.00000	1.00000
3	1.00000	-1.00000
4	1.00000	1.00000
5	0.00000	0.00000
6	0.00000	0.00000
7	-1.41421	0.00000
8	1.41421	0.00000
9	0.00000	-1.41421
10	0.00000	1.41421

### III. RESULTADOS Y DISCUSIONES

#### A. Caracterización Físico-Química de la Materia Prima

TABLA III.  
COMPOSICIÓN FÍSICO-QUÍMICA DE LA SEMILLA DE UVA MALBEC

Componentes	Contenido
Humedad (%)	11,4
Proteína Cruda (%)	8,1
Cenizas (%)	2,5
Grasas Cruda (%)	11,5
Carbohidratos (%)	66,5

\* LABS-ITP-FQ

En la tabla III se reporta los resultados de la composición química proximal, donde se obtuvo un contenido de 11,4 por ciento de humedad siendo un valor superior al reportado por [17] que indican 9,00 por ciento debido al sistema de secado empleado. Con respecto, al contenido de proteínas presento un valor de 8,1 por ciento, siendo muy cercano al valor reportado por [18] de 8,29 por ciento. Con respecto a las cenizas representa un 2,5 por ciento; valor cercano al reportado por [17] 3 por ciento, que se encuentra dentro del rango de cenizas reportado por [19] que menciona del 1 al 4 por ciento. El porcentaje de grasa corresponde a 11,5 por ciento; valor cercano al de [17] que reporta 12 por ciento. Con respecto a los carbohidratos se obtuvo 66,5 por ciento, siendo menor a los reportado por [18] de 71,74 por ciento correspondiente a la uva negra y quebranta.

## B. Caracterización Físico-Química del aceite supercrítico

TABLA IV.  
RELACIÓN PORCENTUAL DE ÁCIDOS GRASOS PRESENTES EN EL ACEITE SUPERCRÍTICO OBTENIDO

ÁCIDOS GRASOS	CONCENTRACIÓN RELATIVA (%)
Saturados	12,9
Monoinsaturados	22,2
Poliinsaturados	64,9

\*Unidad de Investigación en Productos Naturales – UPCH

En la Tabla IV se reporta la relación porcentual de los ácidos grasos presentes en el aceite supercrítico obtenido, donde se obtuvo que los ácidos grasos saturados representa el 12,32 por ciento cuyo resultado es cercano al reportado por [20]. Con respecto a los ácidos grasos monoinsaturados fueron de 22,2 por ciento, siendo mayor a lo reportado por [20] de 18,12 por ciento debido a que la investigación fue realizada al aceite de la semilla de uva negra. En el caso de los ácidos grasos poliinsaturados resultaron ser los componentes de mayor proporción representados por el 64,9 por ciento, sin embargo, el resultado fue cercano a lo reportado por [21] de 65,34 por ciento referido al aceite de semillas de uva syrah.

TABLA V.  
CONTENIDO DE ÁCIDOS GRASOS (% DE ÁCIDOS GRASOS TOTALES) EN EL ACEITE SUPERCRÍTICO OBTENIDO

ÁCIDO GRASO	CONCENTRACIÓN RELATIVA (%)
Mirístico (14:0)	0,1
Palmitoleico (16:1)	0,2
Palmitico (C16:0)	7,5
Linoleico (18:2)	64,9
Oleico (18:1)	21,8
Esteárico (C18:0)	5,2
Cis-eicosenoico (C20:1)	0,2
Eicosano (C20:0)	0,1

\*Unidad de Investigación en Productos Naturales – UPCH

En la Tabla V se reportan los tipos de ácidos grasos presentes en el aceite supercrítico obtenido y su concentración relativa. El ácido linoleico y ácido oleico con 64,9 por ciento y 21,8 por ciento respectivamente; que resultado muy cercano a lo reportado por [22] con respecto al ácido oleico y el ácido linoleico, con 22 por ciento y 67 por ciento respectivamente. Los resultados de [20] fueron para el ácido oleico de 17,36 por ciento y ácido linoleico de 68,75 por ciento, cuyos valores fueron cercanos a los obtenidos en la presente investigación. En la Fig. 2, se muestra el cromatograma de los ácidos grasos presentes en el aceite de semilla de uva obtenido en las condiciones óptimas de operación.

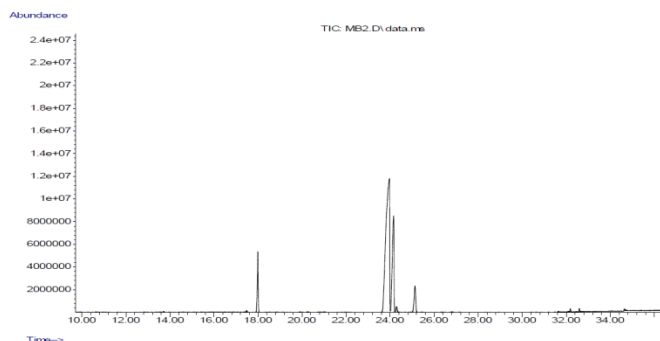


Fig. 2. Cromatograma de ácidos grasos presentes en el aceite supercrítico obtenido

## C. Metodología Operacional

### Determinación de los factores ( $p < 0,05$ ) que influyen en el rendimiento del proceso de extracción de aceite con el empleo de CO<sub>2</sub> supercrítico:

Los factores de estudio fueron: Presión Supercrítica (PSI) y Temperatura de Operación (°C). En la Tabla VI se definen las variables codificadas y originales.

TABLA VI.  
FACTORES Y NIVELES DE ESTUDIO

Parámetros	Variables Codificadas y variables Originales		
	-1	0	1
Temperatura (T, °C)	40	50	60
Presión (P, PSI)	2205	4410	6615

El diseño experimental propuesto, se definió en base al Diseño Ortogonal Taguchi  $L_9(3^2)$  aleatorizado y como variable respuesta el % del rendimiento del aceite obtenido. En la Tabla VII se establecen los tratamientos y sus resultados con respecto al rendimiento

En la Tabla VII, se presentan los resultados con respecto al rendimiento de aceite obtenido ( $\text{g}_{\text{aceite extraído}} / \text{g}_{\text{materia prima}} \times 100\%$ ) para los tratamiento experimentales propuestos.

El análisis estadístico de la metodología Taguchi indicó que los factores: Presión y Temperatura resultaron ser significativos (Tabla VIII, Fig. 3). Con respecto a la interacción de los factores (Fig. 4) se observa que a mayor presión y mayor temperatura se obtienen mejores resultados de rendimiento.

TABLA VII  
ARREGLO ORTOGONAL  $L_9(3^2)$  PROPUESTO

TRAT.	Presión (PSI)	Temperatura (°C)	Rendimiento (%)
1	2205	60	0.1476
2	4410	40	5.2177
3	6615	50	6.0529
4	6615	40	4.4049
5	4410	40	3.6974
6	6615	60	7.6181
7	2205	40	0.9530
8	4410	60	4.8965
9	4410	50	5.8148
10	2205	40	1.1283
11	6615	60	8.1193
12	2205	50	0.4618
13	4410	60	5.4260
14	2205	50	0.5440
15	6615	40	4.6946
16	6615	50	6.2685
17	2205	60	0.1132
18	4410	50	5.3490

TABLA VIII.  
ANÁLISIS DE VARIANZA DEL DISEÑO ORTOGONAL  $L_9(3^2)$

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Presión	95.2619	1	95.2619	435.93	0.0000
B:Temperatura	3.22901	1	3.22901	14.78	0.0027
AA	11.4431	1	11.4431	52.36	0.0000
AB	8.94307	1	8.94307	40.92	0.0001
BB	0.182813	1	0.182813	0.84	0.3800
bloques	0.00286272	1	0.00286272	0.01	0.9109
Error total	2.40381	11	0.218528		
Total (corr.)	121.467	17			

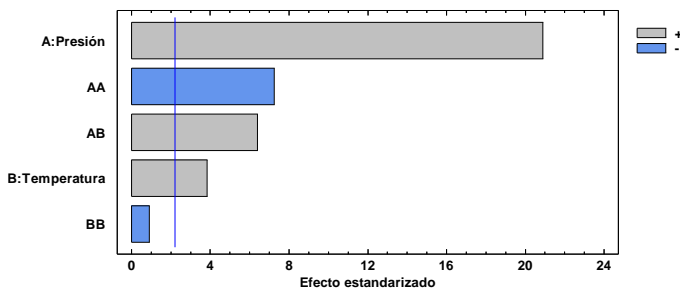


Fig 3. Diagrama de Pareto Estandarizado para Rendimiento - Diseño Ortogonal Taguchi  $L_9(3^2)$

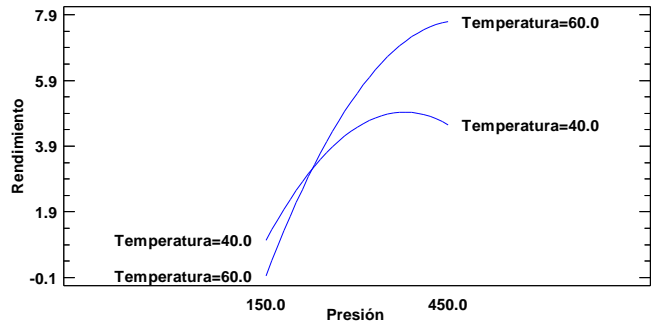


Fig 4. Grafica de Interacción de Factores para Rendimiento - Diseño Ortogonal Taguchi  $L_9(3^2)$

Los resultados del Diseño Ortogonal Taguchi  $L_9(3^2)$  establecieron que los mejores resultados de rendimiento del aceite obtenido (%) se encontraron en los niveles superiores (Tabla IX) y es necesario optimizarlos mediante Superficie de Respuesta para obtener mejores valores de rendimiento (g aceite obtenido/g materia prima x100%).

TABLA IX.  
NIVELES OPTIMIZADOS DE ACUERDO AL DISEÑO ORTOGONAL TAGUCHI  $L_9(3^2)$

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Presión	150.0	450.0	450.0
Temperatura	40.0	60.0	60.0

### Optimización de rendimiento de aceite supercrítico de semilla de uva con el empleo de la metodología de Superficie de Respuesta

Definidos los factores significativos, se procedió a establecer los nuevos niveles que fueron optimizados mediante la Metodología Superficie de Respuesta empleando  $2^2$  tratamientos, 2x2 puntos axiales, 2 puntos centrales, tal como se muestra en la Fig. 5.

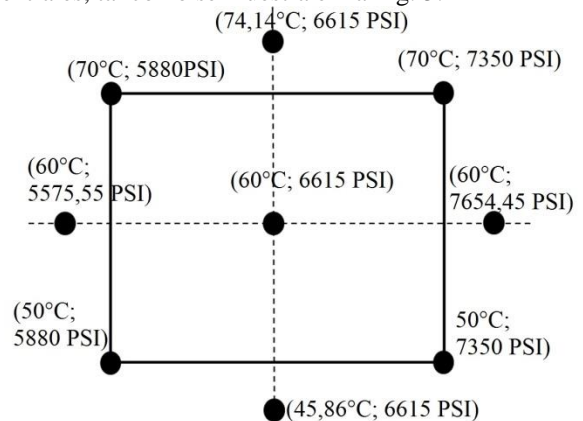


Fig. 5. Diseño Central Compuesto Propuesto

TABLA X.  
DISEÑO EXPERIMENTAL OPTIMIZADO SEGÚN  
METODOLOGIA SUPERFICIE DE RESPUESTA

TRAT.	Presión (PSI)	Temperatura (°C)	Rendimiento (%)
1	6615,00	60,00	7,6076
2	7654,45	60,00	7,8525
3	5575,55	60,00	7,4913
4	6615,00	60,00	7,6398
5	6615,00	45,86	6,9378
6	7350,00	70,00	8,1114
7	5880,00	70,00	8,1482
8	6615,00	74,14	7,2792
9	7350,00	50,00	7,3931
10	5880,00	50,00	7,4996

Los resultados obtenidos al optimizar el modelo inicialmente planteado con el empleo de la Metodología de Superficie de Respuesta, denotaron los siguientes resultados:

TABLA XI.  
Análisis de Varianza del modelo optimizado por Superficie de Respuesta

Fuente	Suma de Cuadrados	Gl	Cuadrado Medio	Razón-F	Valor-P
A:Presión	0.01688340	1	0.01688340	0.14	0.7234
B:Temperatura	0.42768000	1	0.42768000	3.65	0.1286
AA	0.06980180	1	0.06980180	0.60	0.4831
AB	0.00121452	1	0.00121452	0.01	0.9238
BB	0.11431000	1	0.11431000	0.98	0.3790
Error total	0.46831400	4	0.11707800		
Total (corr.)	1.23342000	9			

De la Tabla XI, se observa que ninguno de los factores tiene un valor-P menor a 0.05, indicando que no hay significancia de efectos a un nivel del 95%. El Diagrama de Pareto Estandarizado (Fig. 6) afirma los resultados obtenidos en la Tabla XI.

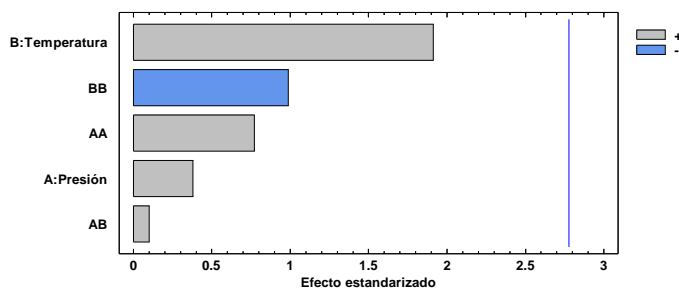


Fig 6. Diagrama de Pareto Estandarizado para Rendimiento – Metodología de Superficie de Respuesta

En la Fig. 7, se indica que no hay interacción entre factores y se obtiene mejor resultados de rendimiento a mayor presión y mayor temperatura.

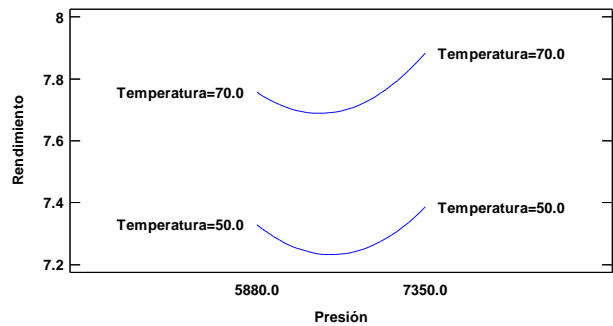


Fig 7. Grafica de Interacción de Factores para Rendimiento – Metodología de Superficie de Respuesta

En el diagrama de Superficie de Respuesta (Fig. 8) y Superficie de Contornos (Fig. 9) se establecen los niveles optimizados.

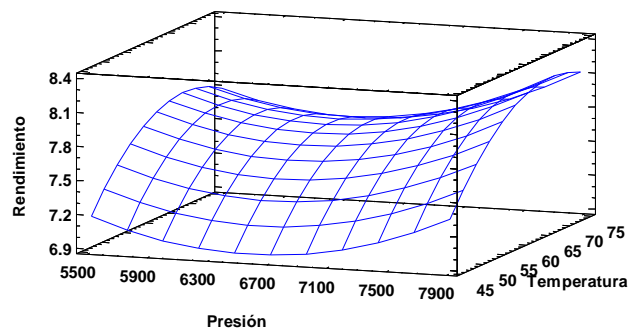


Fig 8. Grafica de Superficie de Respuesta – Metodología de Superficie de Respuesta

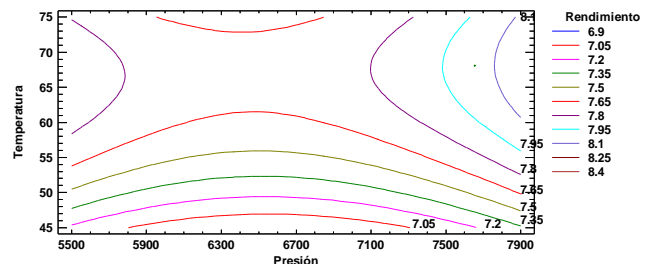


Fig 9. Superficie de Contornos de Respuesta – Metodología de Superficie de Respuesta

La ecuación del modelo optimizado ajustado (1) es el siguiente:

$$\text{Rendimiento} = 11.0802 - 3,10589 \times 10^{-3} * \text{Presión} + 1,97196 \times 10^{-1} * \text{Temperatura} + 2,28734 \times 10^{-7} * \text{Presión}^2 + 2,37075 \times 10^{-6} * \text{Presión} * \text{Temperatura} - 1,58131 \times 10^{-3} * \text{Temperatura}^2 \quad (1)$$

TABLA XII.  
VALORES OPTIMIZADOS POR METODOLOGIA SUPERFICIE DE RESPUESTA

Factor	Bajo	Alto	Óptimo
Presión	5575.55	7654.45	7654.45
Temperatura	45.8579	74.1421	68.0884

Los resultados obtenidos de la metodología Superficie de Respuesta permitieron obtener valores optimizados con mayor ajuste (Tabla XII) con respecto a los parámetros de estudio (Presión y Temperatura).

Del tratamiento optimizado se definieron las siguientes graficas de cinética de extracción (Fig. 10) y Velocidad de Extracción optimizada (Fig. 11).

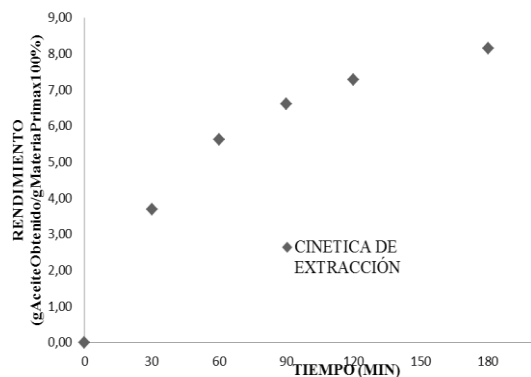


Fig. 10. Cinética de Extracción optimizada de aceite supercrítico

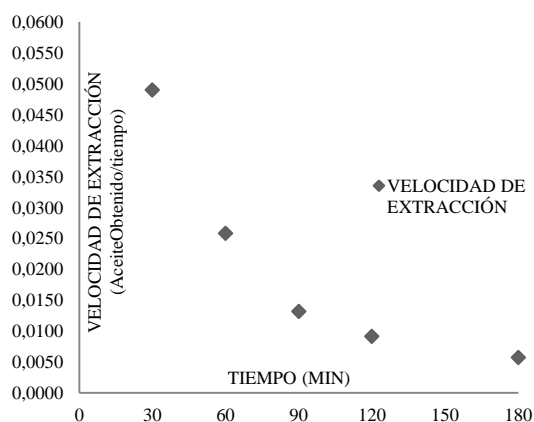


Fig. 11. Cinética de Extracción optimizada de aceite supercrítico

#### IV. CONCLUSIONES

El empleo en conjunto del Diseño Ortogonal  $L_9(3^2)$  de Taguchi y el Diseño Central Compuesto de la metodología de Superficie de Respuesta, resultan ser herramientas potentes para el establecimiento de las condiciones óptimas en el proceso de extracción de aceite de semilla de uva proveniente de los residuos de la industria vitivinícola. El rendimiento optimizado de extracción obtenido fue de 8% de aceite de semilla de uva, empleando 7654,45 PSI de presión y 68,08°C de temperatura. El alto contenido de ácido graso linoleico y oleico obtenido en las condiciones optimizadas, afirman las bondades y beneficios de la extracción con fluidos supercríticos, como una alternativa para el desarrollo de procesos industriales sostenibles. La importancia de la

presente investigación permitirá tener un marco referencial inicial en el desarrollo de propuesta que permitan mitigar los problemas del manejo de residuos en los países en vías de desarrollo.

#### V. AGRADECIMIENTO

Los autores agradecen al Proyecto de Investigación Básica y Proyectos de Investigación Aplicada del Fondo Nacional de Desarrollo Científico, Tecnológico y de Innovación Tecnológica – FONDECYT – CONCYTEC (Contrato 224-2015-FONDECYT) - PERÚ.

Un sincero agradecimiento a Fernando Villanueva Nehmad, Erick Álvarez Yanamango y Jennifer Meza por el apoyo brindado en los tratamientos experimentales.

#### REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- [1] Navas, P. 2010. Caracterización físico-química del aceite de semilla de uva extraído con solvente en frío. Revista de la Facultad de Agronomía (LUZ). 2010,27:270-288.
- [2] Molero, A.; Pereyra, C.; Martínez, E. 1996. The Chemical Engineering Journal and the Biochemical Engineering Journal. Recovery of grape seed oil by liquid and supercritical carbon dioxide extraction: a comparison with conventional solvent extraction. 1996, 227-231. doi.org/10.1016/0923-0467(95)03040-9
- [3] Matthäus, B. 2008. Virgin grape seed oil: Is it a really nutritional highlight? European Journal of Lipid Science and Technology 110: 645-650.
- [4] Franco, M.; Cruz, C. 2012. La vid silvestre en México. Actualidades y potencial. Toluca, UAEM-ACA.
- [5] Fernandes, L., S. Casal, R. Cruz, Pereira, J. y Ramalhosa., E. 2013. Seed oils of ten traditional Portuguese grape varieties with interesting chemical and antioxidant properties. Food Res In., 50: 161-166.
- [6] Prado, J.M.; Dalmolil, I.; Carareto, N.D.D.; Basso, R.C.; Meirelles, J.A.; Oliveira, J.V.; Batista, E.A.C.; Meireles, M. 2012. Supercritical fluid extraction of grape seed: Process scale-up, extract chemical composition and economic evaluation. Journal of Food Engineering 109: 249-257.
- [7] Palma, M., Taylor, L. 1999. Fractional Extraction of compounds from Grape Seeds by Supercritical Fluid Extraction and Analysis from Antimicrobial and Agrochemical Activities. Food Chemistry. 47, 5044-5048.
- [8] Restrepo, 2012. Comparación del aceite de aguacate variedad Hass cultivado en Colombia, obtenido por fluidos supercríticos y métodos convencionales: una perspectiva desde la calidad. Rev. Lasallista Investig. 2012, vol.9, N° 2, pp.151-161. ISSN 1794-4449.
- [9] Peredo, H.; Palou, E.; Lopez, A. 2009. Aceites esenciales: métodos de extracción. *Temas Selectos de Ingeniería de Alimentos* 3-1 (2009): 24-32
- [10] Del Valle, J. M. y Aguilera, J. M. 1999. Review: high pressure CO2 extraction. Fundamentals and applications in the food industry. Food Science and Technology. 6(1):1-24
- [11] Chemat, F.; Vian, M.; Cravotto, G. 2012. Green extraction of natural products: concept and principles, Int. J. Mol. Sci. 13 (2012) 8615-8627.
- [12] Lindy, J. 2014. Supercritical Fluid Extraction (Technology, Applications and Limitations), *Nova Science Publishers, Inc., New York*, 2014.
- [13] Montgomery, D. 2004. Diseño y análisis de experimentos. 2ª. Ed. México DF.: Limusa Wiley. 692p.



- [14] Chuaqui, P.; Wittig de Penna, M; Villarroel, M. "Método de Taguchi para optimizar calidad de postres funcionales destinados al adulto mayor y estudio de pre factibilidad técnico - económica". *Revista Chilena de Nutrición*. Vol. 31 N° 2, pp. 118-127. Agosto 2004. ISSN: 0717-7518
- [15] Collazos, C. (1993). La composición de alimentos de mayor consumo en el Perú. (6.a ed.). Lima: Ministerio de Salud, Instituto Nacional de Nutrición
- [16] Marfil, R. 1991. Una Herramienta para el mejoramiento de la calidad (Vol. 25). México: Tecnología de Alimentos.
- [17] Guerra, E; Zúñiga, M. 2003. Tratamiento enzimático en la extracción de aceite de pipa de uva (*Vitis vinifera*) por prensado en frío. *Grasas y Aceites* 54 (1):53-57.
- [18] Moya, C. 2017. "Extracción y caracterización de aceite vegetal de las semillas de uva borgoña (*vitis vinifera*) utilizando enzimas". Universidad Nacional Agraria La Molina. Tesis para optar el título de ingeniero en industrias alimentarias. Lima-Perú.
- [19] Bernardini, E. 1981. Tecnología de aceites y grasas. 1 ed. Madrid, España, Alambra S.A.
- [20] Córdova, G.; Núñez, A. 2015. Determinación del perfil de ácidos grasos de un aceite extraído de la semilla de *vitis vinifera* (Uva negra criolla). Repositorio Dspace. Recuperado el 26/03/18, de: <http://repositorio.unprg.edu.pe/handle/UNPRG/139>.
- [21] Navas, P. 2009. Composición química del aceite virgen obtenido por extracción mecánica de algunas variedades de uva (*Vitis vinifera* L.) con énfasis en los componentes minoritarios. *Archivos Latinoamericanos de Nutrición* V.59 N°2. Facultad de Agronomía – Universidad Central de Venezuela. Maracay – Venezuela.
- [22] Padley, F; Gunstone, F; Harwood, J. 1994. Occurrence and Characteristics of oils and fats. In: *The Lipid Handbook*. 2 ed. Chapman & Hall, London p.88-113.